



# **FOTONIIKKASENSORI- JA KORKEAN TEKNOLOGIAN KUVANTAMISEN DEMONSTROINTI METSÄBIOJALOSTAMON HALLINTAAN (FOKUDEMO)**

Elina Havia & Jari Käyhkö (toim.)

Elina Havia & Jari Käyhkö (toim.)

# FOTONIIKKASENSORI- JA KORKEAN TEKNOLOGIAN KUVANTAMISEN DEMONSTROINTI METSÄBIOJALOSTAMON HALLINTAAN (FOKUDEMO)



Vipuvoimaa  
EU:lta Tekes  
2014–2020

**XAMK TUTKII 3**

KAAKKOIS-SUOMEN AMMATTIKORKEAKOULU  
MIKKELI 2017

© Tekijät ja Kaakkois-Suomen ammattikorkeakoulu  
Kannen kuva: Manu Eloaho  
Taitto- ja paino: Grano Oy  
ISBN: 978-952-344-063-0 (PDF)  
ISSN: 2489-4575 (verkkojulkaisu)  
[julkaisut@xamk.fi](mailto:julkaisut@xamk.fi)

# TIIVISTELMÄ

Fotoniikkasensori- ja korkean teknologian kuvantamisen demonstrointi metsäbiojalostamon hallintaan (Fokudemo) -hankkeen tavoitteena oli biojalostamoprosessien parempi ymmärtäminen fotoniikka- ja kuvantavien menetelmien avulla.

Hankkeessa tuotettiin uusiin sensoritekniikoihin ja menetelmiin perustuvia työkaluja ja osaamista metsäbiojalostamon keskeisten prosessien (ligniinin sekä suovan erotus) sekä metsäbiomassaa jalostavien bioprosessien optimointiin ja prosessien suorituskyvyn parantamiseen.

Hankkeessa kehitettiin jatkuvatoiminen online-mittaus kuplakokojakauman määrittämiseen ja menetelmää sovellettiin sellun valmistuksen happivaiheen toiminnan tutkimiseen kahdella eri tehtaalla. Tutkittiin suopänäytteiden fluoresenssiominaisuuksia sekä kehitettiin menetelmä, jota voidaan soveltaa mahdollisesti prosessin suopapitoisuuden online-mittaukseen. Kehitettiin ja tutkittiin valon taittumiseen perustuvaa aiemmin lähinnä laboratoriossa käytettyä Abbe-menetelmää prosessimittaukseksi. Kolmella eri valonlähteellä aineelle taitekerroin mitattuna saadaan muodostettua kullekin aineelle ominainen dispersiokäyrä. Teollisuuteen soveltuva low cost -magneettikuvauslaite valmistettiin nopeiden sekoitus- ja aineensiirtoilmiöiden mittaamiseksi. Lisäksi selvitettiin reaaliaikaista magneettikuvauksen hyödyntämistä teollisuuden mittauksiin. Tehokkaita, moderneja ohjelmisto- ja mallinnusratkaisuja kehitettiin mittausdatan tarkempaan ja monipuolisempaan hyödyntämiseen.

Asiasanat: metsäbiojalostamo, kuvantaminen, dispersio, spektroskopia, prosessidatan analysointi ja mallintaminen

# ABSTRACT

Photonics sensor and high technology imaging demonstrations to the control of forest biorefineries (Fokudemo) project was aimed at understanding better biorefinery processes through photonics and imaging methods.

The project produced new tools and know-how based on methodologies and expertise in the optimization of the processes of the forest refinery (lignin and soap separation), forest biomass process optimization and process performance improvement. Continuous on-line measurement for bubble size distribution was developed and the method was applied to the oxygen delignification of pulp production in two different factories.

The fluorescence properties of the soap samples were studied and a method was developed that could be applied to the on-line measurement of the soap concentration of the process. The Abbe method used earlier mainly in the laboratory scale was developed for a process scale measurement method. The dispersion curve characteristic for each substance is determined by measuring the refractive index with three different light sources. A low cost magnetic resonance imaging device was manufactured to measure fast mixing and mass transfer phenomena. In addition, real-time utilization of magnetic resonance imaging in industrial measurements was studied. Efficient, modern software and modelling solutions were developed for more accurate and versatile measurement data utilization.

Keywords: forest biorefinery, imaging, dispersion, spectroscopy, process data analysis and modeling

# ESIPUHE

Fotoniikkasensori- ja korkean teknologian kuvantamisen demonstointi metsäbiojalostamon hallintaan (Fokudemo) -hanke toteutettiin Kaakkois-Suomen ammattikorkeakoulun ja Itä-Suomen yliopiston fotoniikan ja materiaalitekniikan SIB Labs -tutkimusyksikön välisenä yhteistyönä ajalla 12/2015–5/2017. Hankkeen muut kumppanit olivat Metsä Fibre Oy, Andritz Oy, Savon Sellu Oy, Pixact Oy, Wetend Technologies Oy ja Janesko Oy. Hanketta rahoittivat Tekes Euroopan unionin aluekehitysrahastosta (EAKR), toteuttajaosapuolet sekä osallistujayritykset.

Hankkeessa kehitettiin uusia fotoniikkaan sekä kuvantamiseen perustuvia mittausmenetelmiä. Lisäksi kehitettiin tehokkaita ohjelmisto- ja mallinnusratkaisuja mittausdatan monipuolisempaan hyödyntämiseen.

Savonlinnassa 19.10.2017

# TEKIJÄT

DI ELINA HAVIA, KAAKKOIS-SUOMEN AMMATTIKORKEAKOULU

TKT JARI KÄYHKÖ, KAAKKOIS-SUOMEN AMMATTIKORKEAKOULU

FT MIKA LIUKKONEN, KAAKKOIS-SUOMEN AMMATTIKORKEAKOULU

TKT RIKU KOPRA, KAAKKOIS-SUOMEN AMMATTIKORKEAKOULU

FT YRJÖ HILTUNEN, KAAKKOIS-SUOMEN AMMATTIKORKEAKOULU

PROF. MARKKU HAUTA-KASARI, ITÄ-SUOMEN YLIOPISTO

FT PIOTR BARTCZAK, ITÄ-SUOMEN YLIOPISTO

DI HEIKKI MUTIKAINEN, ANDRITZ OY

# SISÄLTÖ

TIIVISTELMÄ.....	4
ABSTRACT.....	5
ESIPUHE.....	6
1 Ligniinin hallinta ja erityisesti ligniinin laadun vaihtelujen tunnistaminen modernilla refraktrometriteknologialla jatkuvatoimisessa teollisessa jalostamoprosessissa.....	10
1.1 Tausta.....	10
1.2 Tavoite.....	11
1.3 Toteutus.....	11
1.4 Johtopäätökset ja jatkotoimenpiteet.....	15
2 Fluorescence for the characterization of tall oil in chemical pulping mill .....	16
2.1 Introduction.....	16
2.2 Aim.....	17
2.3 Implementation.....	18
2.4 Optical measurements – spectral imaging.....	23
2.5 Optical-based instrument for fluorescence non-invasive online measurements .....	26
2.6 Discussion.....	29
2.7 Summary.....	30
3 Dispersion älykäs hallinta kuitulinjassa.....	31
3.1 Taustaa dispersiotutkimukseen.....	31
3.2 Dispersiotutkimuksen tavoite.....	31
3.3 Dispersiotutkimuksen toteutus.....	32
3.3.1 Kuplamittaus.....	32
3.3.2 Tutkimukset havupuulinjalla .....	35
3.3.3 Tutkimukset koivupuulinjalla .....	40
3.4 Yhteenvedoa dispersiotutkimuksesta.....	45
4 Suurten tilavuusvirtojen nopeiden sekoitusprosessien karakterointi MRI-tekniikalla.....	47
4.1 MRI-laitteistokehitys.....	48
4.2 MRI-laitteen testaus.....	50
5 Prosessirefraktometrimittaukset liuenneen kuiva-ainepitoisuuden vaihtelun selvittämiseksi.....	51



6 Älykkäät prosessi- ja mittausdatan analysointityökalut.....	53
6.1 Prosessiteollisuuden tiedonjalostusratkaisut .....	53
6.2 Sellunvalmistuksen laboratoriomittausten (kiertovesi) mallinnus refraktometrimittauksen avulla .....	56
6.3 Kartongin laadun mallinnus kehittyneillä menetelmillä .....	56
6.4 Prosessiteollisuuden virtuaalisensorit .....	60
6.5 Yhteenveto älykkäistä prosessi- ja mittausdatan analysointityökaluista .....	61
7 Yhteenveto .....	63
Projektissa syntyneet julkaisut .....	66
LÄHTEET .....	67

# 1 LIGNIININ HALLINTA JA ERITYISESTI LIGNIININ LAADUN VAIHTELUJEN TUNNISTAMINEN MODERNILLA REFRAKTOMETRITEKNOLOGIALLA JATKUVATOIMISESSA TEOLLISESSA JALOSTAMOPROSESSISSA

Riku Kopra

## 1.1 Tausta

Kuitulaboratoriolla on aiemmin tutkittu menestyksekkääksi refraktometriteknologian hyödyntämistä sellutehtaan ruskean massan pesun alueella pesuhäviön indikaattorina. Prosessirefraktometri mittaa liuennan kuiva-aineen pitoisuuden summaparametrina. Prosessirefraktometreissa käytetään perusaallonpituuksista (sininen-keltainen-punainen) natriumkeltaista valonlähdettä. Keltaista valoa on ollut mahdollista tuottaa laboratorio-olosuhteissa jo vuosisatoja sitten polttamalla natriumia. Ligniinillä on kohtalaisen suuri taitekerroin verrattuna esimerkiksi suurimpaan osaan happoja ja alkoholeja. Lisäksi keittoperäisellä ja valkaisumikaaleilla käsitellyllä ligniinillä on toisistaan eroavat taitekertoimet. Refraktometrillä ei päästä seoksissa kuitenkaan kiinni yhteen aineeseen. Täten alettiin miettiä ja kehittää kyseisen teknologian pohjalta uutta mittausta. Päädyttiin kehittämään aiemmin lähinnä laboratoriossa käytettyä Abbe-menetelmää prosessimittaukseksi. Kyseisessä menetelmässä mitataan taitekerroin kaikilla kolmella (sininen 486,1 nm, keltainen 589,3 nm ja punainen 656,3 nm) edellä mainitulla valonlähteellä. Kullakin valonlähteellä mitattuna saadaan aineille kolme erisuuruista taitekerroinarvoa. Näistä saadaan muodostettua kullekin aineelle ominainen dispersiokäyrä. Lähtöoletuksena oli, että ilmiö on sitä voimakkaampi, mitä suurempi pitoisuus seoksella tai tässä tapauksessa lipeällä on.

## 1.2 Tavoite

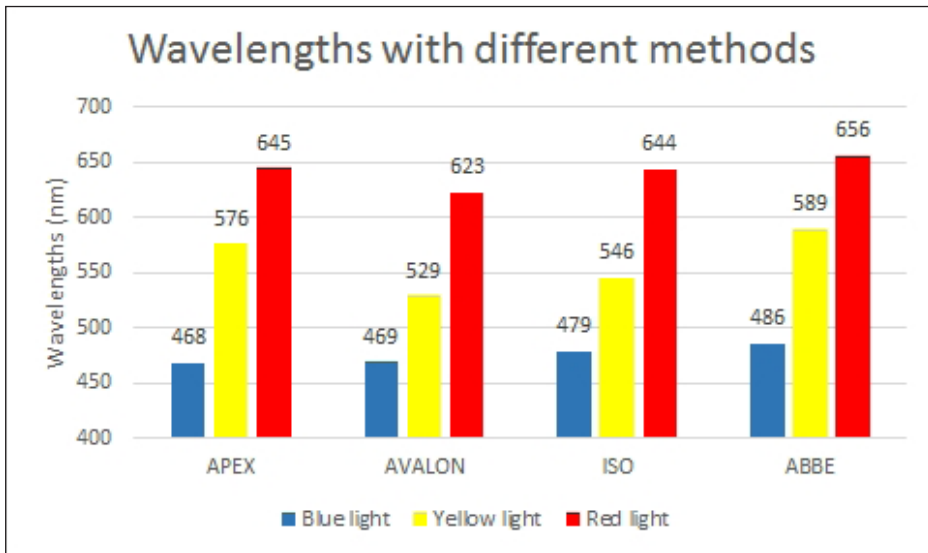
Tavoitteena tälle osiolle oli testata mittalaitetoimittajan kehittämää uutta 3-sädemittarin prototyyppiä laboratorio-olosuhteissa, kokeilla eri aallonpituuden valolähteitä ja miettiä käyttökohteita kyseiselle mittaukselle. Tavoitteena oli myös testata uutta mittalaitetta tehdasolosuhteissa, mutta tämä tavoite jäi toteutumatta laitekehityksen vaatiman ajan vuoksi.

## 1.3 Toteutus

Valonlähteen aallonpituus vaikuttaa merkittävästi mittaustulokseen. Taulukossa 1.1 on esitetty viralliset laboratorio-olosuhteissa käytettävät aallonpituudet Abbe-luvun määrittämiseksi ja kuvassa 1.1 on esitetty puolestaan eri tuottajien ja standardien aallonpituudet käytetyille väreille.

TAULUKKO 1.1. Abbe-luvun määrittämisessä käytettävät Fraunhoferin aallonpituudet.

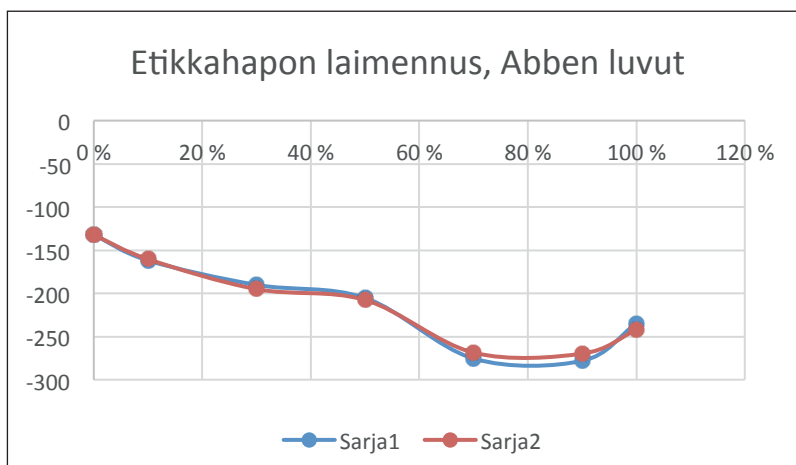
$\lambda$ in nm	Fraunhofer's symbol	Light source	Color
365.01	i	Hg	UV
404.66	h	Hg	violet
435.84	g	Hg	blue
479.99	F'	Cd	blue
486.13	F	H	blue
546.07	e	Hg	green
587.56	d	He	yellow
589.3	D	Na	yellow
643.85	C'	Cd	red
656.27	C	H	red
706.52	r	He	red
768.2	A'	K	IR
852.11	s	Cs	IR
1013.98	t	Hg	IR



KUVA 1.1. Eri valonlähteiden aallonpituuksia.

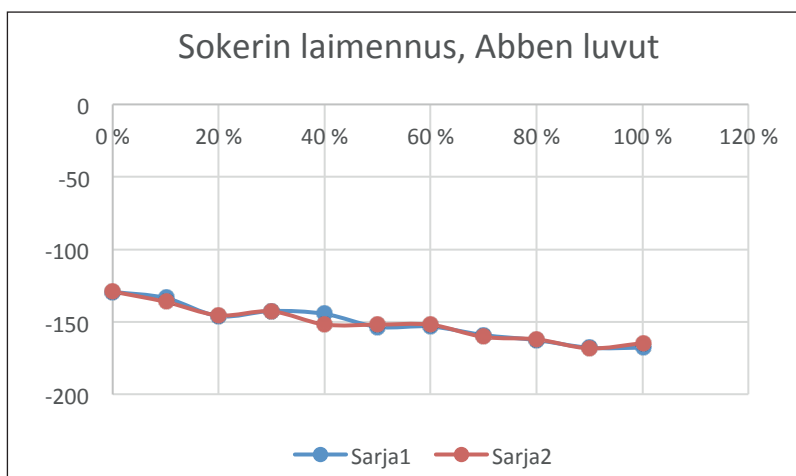
Ensimmäisessä ”3-säde-mittarin” prototyyppiversiossa oli AVALON-valonlähteet niiden helpon saatavuuden vuoksi. Sekä punaisen, keltaisen että sinisen valon aallonpituudet olivat alhaisempia kuin Abbe-standardissa. Esimerkiksi keltainen valo oli itseasiassa lähempänä vihreää. Alustavien kokeiden perusteella todettiin, että eri valonlähteitä käyttämällä saadaan erilaiset taitekerroinarvot ja mittaustulokset on mahdollista toteuttaa, mutta tarvitaan uudet Abbe-standardia lähempänä olevat valonlähteet. Etsinnän ja pitkän toimitusajan jälkeen saatiin seuraavaan prototyyppiin APEX-valonlähteet, jotka ovat melko lähellä Abbea. Seuraavat tulokset on esitetty toisella prototyyppillä tehtyjen kokeiden mukaan.

Ensiksi testattiin ilmiötä erivahvaisilla etikkahappolaimennuksilla (kuva 1.2). Todettiin, että mittaus toimii ja käyrä on samanmuotoinen kuin aiemmin Riku Kopran väitöstyössä [12] refraktometrillä mitatussa etikkahappokokeessa. Oletuksen vastaisesti luvut olivat negatiivisia. Syynä lienee se, että prosessirefraktometri käyttää prisman sisäistä taittumisilmiötä hyväkseen, kun taas laboratoriomittalaite hyödyntää mittauserometriä, jossa mitattava valo tulee mittaprismalle mitattavan liuosnäytteen läpi. Kyseisissä testeissä ei ollut vielä täsmäytetty näiden kahden lisääallonpituuden taitekertoimen kalibrointia. Dispersio-ilmiö tulee kuitenkin selvästi esiin, ja tutkimuksen edetessä saadaan tarkasti määritettyä tarvittavat muutosfunktiot.



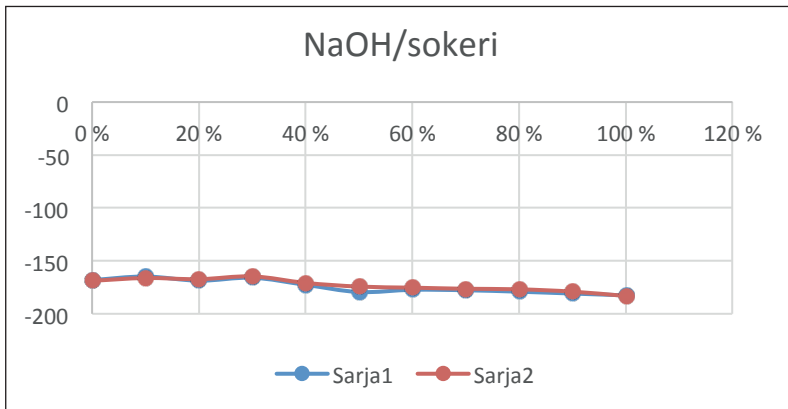
KUVA 1.2. Etikkahappolaimennuksien Abben luvut.

Toiseksi toistimme kokeen sokeriliuoksilla. Tulokset olivat lineaarisia, mutta edelleen negatiivisia.



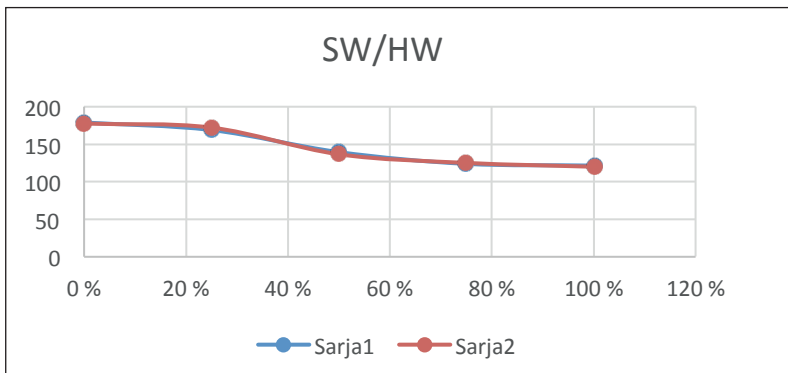
KUVA 1.3. Sokerilaimennuksien Abben luvut.

Seuraavaksi tutkittiin myös NaOH:in ja sokerin, joiden taitekertoimien lähtötasot olivat säädetty samalle tasolle, seosten Abbe-luvun käyttäytymistä. Tulokset osoittivat, että sekoitettaessa kahta erilaista suurimolekyylistä ainetta sekä orgaanista että epäorgaanista, joiden lähtötasot ovat samat, ei saada tässä tapauksessa aikaan juurikaan eroja. Kyseisillä taitekertoimeltaan alhaisilla aineilla ilmiö esiintyi edelleen negatiivisella alueella.



KUVA 1.4. NaOH/sokeri seosten abbe-luvut.

Lopuksi tutkittiin haihduttamoon menevän havu/koivusuodosten seosten käyttäytymistä. Tulokset osoittivat, että mittaus antaa positiivisia abbe-lukuja vahvemmillä suodoksilla. Alustavasti näyttäisi, että havu/koivusuodos myös eroaa abbe-arvoiltaan, vaikka taitekertoimen lähtötaso keltaisella aallonpituudella olisi säädetty suhteellisen samaksi. Tämä rohkaisee jatkamaan laboratoriokokeita erilaisilla vahvoilla suodoksilla, lipeillä.



KUVA 1.5. Havu/koivu suodos seosten abbe-käyrä.

## 1.4 Johtopäätökset ja jatkotoimenpiteet

Alustavat kokeet antoivat rohkaisevia tuloksia, että aineiden dispersiokäyrä on mitattavissa reaaliaikaisesti käyttämällä kolmen eri aallonpituuden mittaamiseen perustuvaa 3-sädemittaria. Ilmiö näyttäisi olevan laboratoriokoetulosten pohjalta myös sitä voimakkaampi, mitä suurempi on mitattavan liuoksen pitoisuus. Kokeita on vielä jatkettava laboratorio-olosuhteissa lisää asian varmistamiseksi. Mittalaitteen kehitystyön viivästymisestä johtuen puhtaiden eri ligniinijakeiden testaaminen jäi. On kuitenkin huomattavaa, että selluteollisuuden näytteillä ilmiön vaikutus on kertaluokkaa suurempi kuin muilla orgaanisilla testatuilla näytteillä. Näin isoista muutoksista saadaan luotettavia parametreja seossuhteiden määrittämiin esimerkiksi pesusuodoksissa ja mustalipeissä. Taustatiedoista laskettuna ligniinin vaikutus näissä kokeissa olisi noin 300 yksikköä, ja softwood/hardwood-erottelu n. 100 yksikköä, eli seossuhde olisi mahdollista määrittää 1% tarkkuudella ja orgaanisen sisällön määrä n. 0,3 % tarkkuudella.

Ligniinikokeet on tavoite toteuttaa heti, kun saadaan laitetoimittajalta prosessiversio laitteesta käyttöön, vaikka vasta projektin päättymisen jälkeenkin. Projektin lopussa valmistunut viimeisin versio mittarista olisi jo lähes valmis myös asennettavaksi tehdaskokeisiin. Laite voidaan asentaa saman yhteen kautta prosessiin kuin tavallinen refraktometri. Ilmiötä kannattaisi tutkia muun muassa sellutehtailla, joilla tuotetaan sekä havu- että koivusellua. Lähtökohtaisena ajatuksena on, että kyseisellä mittauksella havaittaisiin koivu- ja havulipeän rajapinta esimerkiksi soodakattilan syötössä.

## 2 FLUORESCENCE FOR THE CHARACTERIZATION OF TALL OIL IN CHEMICAL PULPING MILL

Piotr Bartczak, Jari Käyhkö, Riku Kopra,  
Markku Hauta-Kasari

### 2.1 Introduction

During alkaline cooking, the extractives create inside black liquor a composition known as tall oil soap [7, 10, 11]. The tall oil soap is separated from the black liquor in a skimmer. Otherwise it would cause foaming and fouling in the evaporator plant. On the other hand, tall oil has a large range of applications and can be used as a component in adhesives, rubber, and inks. Tall oil can also be used as a fuel to replace heating oil. Crude tall oil is delivered from the mill to a tall oil refinery where it is distilled under vacuum to recover products such as distilled tall oil, tall-oil resin and tall-oil fatty acid. Therefore, efficient soap separation in a skimmer, on one hand, decreases the risk of foaming and fouling in the evaporator, and on the other hand, increases the production of tall oil. If the soap content in black liquors could be measured online, the desired soap skimming volumes could be better evaluated, and the CTO production could be estimated and the losses into burning could be detected. In addition, the price of tall oil has risen in a short period of time, which significantly increases interest in the improvement of the separation process.

Figure 2.1 illustrates the mass balance of soap in the pulp mill processes.



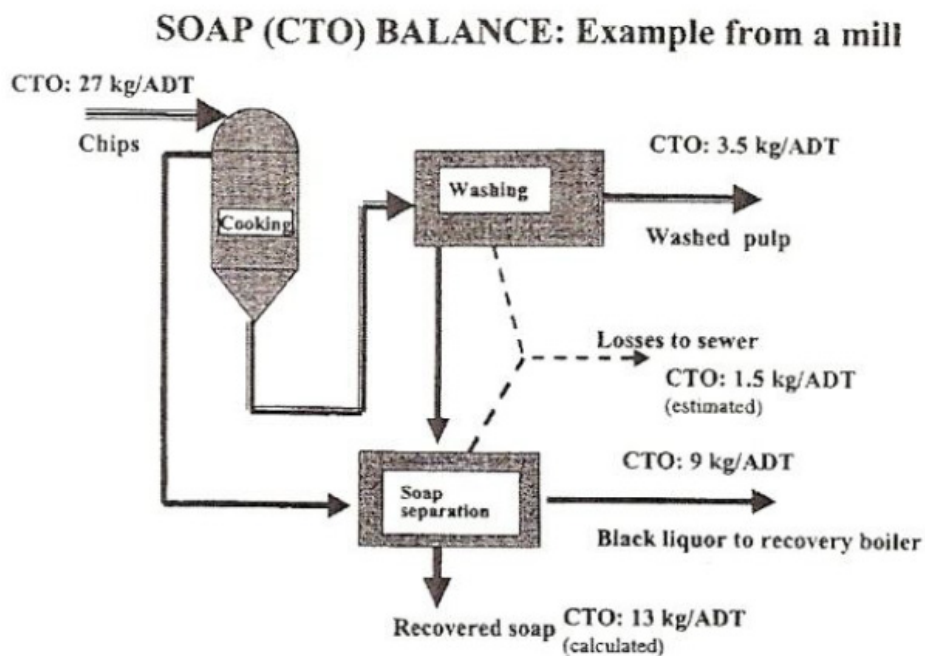


FIGURE 2.1. The mass balance of soap in the pulp mill processes. [4]

According to Figure 2.1., the proportion of recovered soap can be quite small, approximately 50%, so there can be quite much potential for the improvement of soap recovery in the washing and especially in the soap separation process. There are different types of soap separation systems but what is common for all is that they are usually uncontinuous and operated manually. Also, according to our knowledge, there is no non-invasive device or method capable of measuring the soap content in black liquor. It is well known that some wood extractives have fluorescent properties [4, 8, 9]. Also, similar fluorescent properties have been detected in the tall oil samples obtained from the pulp mill [5]. These fluorescent properties could be used for the measurement of the tall oil content in black liquor.

## 2.2 Aim

The aim of this study was to examine the potential of fluorescent properties of wood components in determining the soap or tall oil content in black liquor. Another objective was to design, manufacture and test the device which could be used for in-situ measurements in the pulp mill.

## 2.3 Implementation

The possibility of determining the soap percentage in black liquor by using fluorescence phenomenon was investigated. First, reference samples from a Finnish pulp mill were collected. Each sample was obtained from a specific valve in different sampling areas in the factory under the supervision of a pulp mill technician. The sampling areas were selected in such a way that the soap percentage in black liquor would significantly differ from place to place. Next, the samples were stored unopened in plastic containers at laboratory room temperature. After the separation of the soap (top layer) from the black liquor (bottom layer), the samples were injected to UV transmissive quartz cuvettes (1.2 x 1.2 x 4.5) cm (width x depth x height), see Fig 2.2. Two samples were taken from each container by pipette.

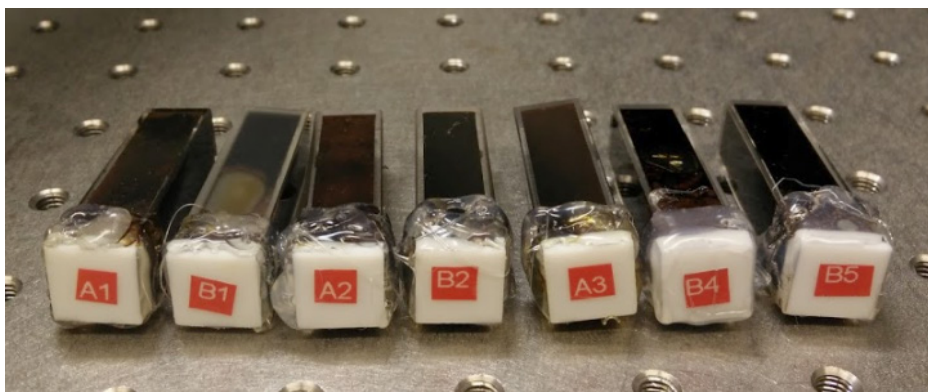


FIG. 2.2. The quartz cuvettes used as container for fluorescence measurements. Letter A refers to the sample from the top of the container, and letter B refers to the sample from the bottom. Numbers 1-5 indicate the sampling area. (Image copyright: Piotr Bartczak).

As a fluorescence phenomenon measuring device, custom-made bispectrometer (SIB Labs) was used to determine an emission spectrum for each sample. The bispectrometer device can be seen in Figure 2.3. The device allowed to measure three samples at the same time together with the standard reference. After that, for each measurement, a Donaldson matrix of  $N \times N$  size was obtained. The  $N$  refers to the number of spectral components used for complete measurement. Every matrix contained information about the light emitted from the sample when it was exposed to a specified excitation wavelength. The bispectrometer allowed the use of excitation wavelength between 250 and 950 nm. During this process, the wavelength range was further specified in order to find the most relevant excitation wavelengths that would result in the most intense emission.

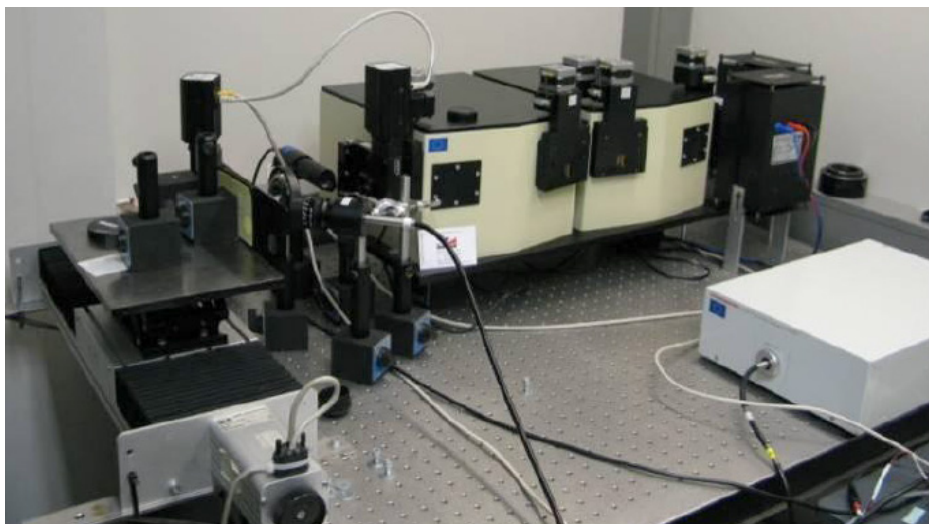


FIG. 2.3. The bispectrometer device used for fluorescence measurements allowing to obtain excitation vs. emission information for each investigated sample collected from a Finnish pulp mill. (Image copyright: Piotr Bartczak)

An example of the Donaldson matrix is presented in Figure 2.4. The vertical axis corresponds to the excitation wavelengths which were used to illuminate the sample, whereas the horizontal axis corresponds to the shape of the emitted light. This data was used for further analysis in order to find correlation between soap contents in black liquor.

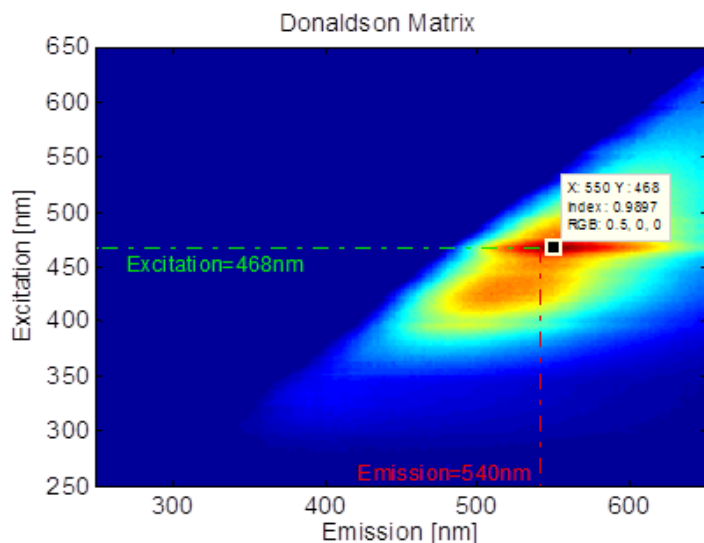


FIG. 2.4. Typical excitation vs. emission matrix obtained from the bispectrometer measurement. In this example, measurements were obtained for the range between 250 and 650 nm. The maximum emission and corresponding excitation wavelength were obtained from a data analysis. In this example, the maximum emission peak was detected at 540nm when exposed to the excitation light at 468nm. (Image copyright: Piotr Bartczak)

The maximum emission peak and corresponding excitation wavelength were calculated for every sample. The results obtained for the set of samples collected from a Finnish pulp mill are listed in Table. 2.1. The maximum emission shape and corresponding peak vary for every sample. It is noticeable that the emission shape can be related with the sampling area in the pulp mill. This shows that a non-invasive method using fluorescence phenomenon could be adapted for determining the sampling area or it could help with monitoring production at each process stage. Moreover, when compared with black liquor samples, the emission peak in the soap measurements occurred at a higher wavelength. When the soap sample measurements were analyzed, corresponding excitation wavelengths were determined in almost the same range of the electromagnetic spectrum, 462nm – 468nm.

	Excitation[nm]	Emission[nm]	Sample description
A1	466.4	573.2	Early stage
A2	468	581	Later Stage
A3	462	543	Tall Oil
B1	395	489	Early stage
B2	415	515	Later Stage
B4	395	482	
B5	397	490	Mostly B.liquor

TABLE 2.1. Peak wavelength corresponding to the excitation and emission spectra for collected samples (average values). The letter A corresponds to the sample from the top layer of the container (Soap), and the letter B corresponds to the content from the bottom (black liquor). Numbers 1-5 indicate the process stage in the pulp mill from which black liquor was sampled.

In the black liquor samples, the emission peak wavelength was determined in a much lower range of the electromagnetic spectrum, 395nm – 415 nm. This difference in the optimal excitation wavelength might be used to determine the content of soap in the black liquor liquid stream.

Other findings are related to the shape of the cumulative emitted light when exposed to all selected excitation wavelengths. The shape and the number of emitted peaks for black liquor are significantly different than those for the

soap samples. The spectral power distribution for the crude tall oil (A3) sample perfectly overlaps with the distribution resulting from the other soap samples (A1-A2). However, the cumulative emission of the crude tall oil sample is characterized by only one peak, while the emission from other soap samples from different sampling areas has two or even more peaks. In this case, the intensity level of the emitted light from the additional peaks existing in the soap samples could be used to determine the purity of crude tall oil.

The number of noticeable peaks within the spectral power distribution of the emitted light may depend on several factors e.g. the pulp mill setting, chemicals used in the process, lignin content and type of the wood used. These correlations, however, should be investigated more carefully in the future to specify the main element that causes additional emission components.

In the soap samples, the spectral power distribution was much broader than in the emission obtained from black liquor. In addition, the intensity of the emitted light obtained from black liquor samples was much lower compared with the light emitted from the soap samples. Figure 2.5. describes the difference in the spectral power distribution of the cumulative emitted light for black liquor and soap samples.

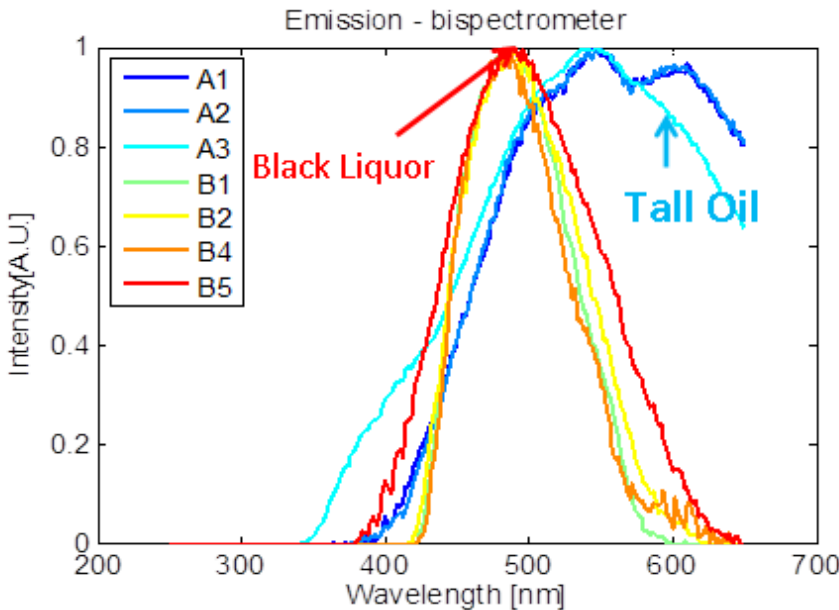


FIG. 2.5. Examples of the normalized spectral power distribution of the cumulative emission when exposed to all excitation wavelengths. Reference results for collected samples were obtained by the bispectrometer device from a Finnish pulp mill.

The spectral properties of chemical compounds contained in the samples are able to significantly change the spectral power distribution. Unfortunately, single chemicals could not be separated and their fluorescence spectra could not be specified. In the future, this spectral information should be taken into account when performing the spectral analysis and sample comparison. However, nowadays many chemical compounds used in the process have already been defined, and this information could be applied in order to determine spectral differences at each production stage.

After receiving spectral information related to the maximum emission peak and corresponding excitation wavelength, additional measurements were conducted to better understand the challenges related with the non-invasive fluorescence measurements of black liquor.

The same samples were injected in quartz cuvette and heated by a custom-made heater to specified temperature levels (25, 30, 40...140 °C). The intensity level of the maximum emission peak when being exposed to the same portion of the optimal excitation wavelength was measured at each temperature level. The results are presented in Figure 2.6 where it can be noticed that the fluorescence level is highly dependent on the temperature of the sample. The fluorescence emission decreases when the temperature is raised, but the shape and peak of the spectral distribution remain the same.

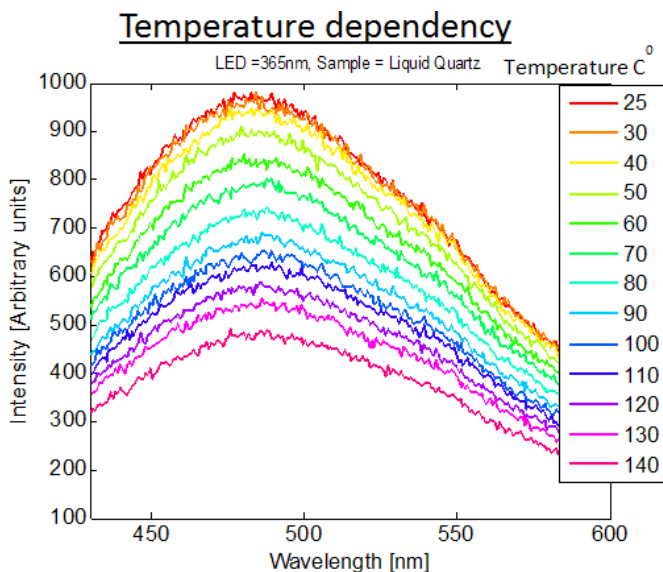


FIG. 2.6. The example of fluorescence measurements for emission against sample temperature level. The sample was heated by a custom-made heater, and the intensity of fluorescence at the sample maximum emission peak when exposed to optimal excitation wavelength was recorded.

In addition, the homogeneity of the fluorescence emission for black liquor and soap sample was investigated. The analysis showed that the samples were not perfectly homogenous, and the intensity varied in relation to the position of the point measurement obtained by the bispectrometer device. However, the shape and emission peak were the same for most of the samples.

When developing an optical-based instrument for fluorescence non-invasive on-line measurements, it should be noted that although the fluorescence emissions are weaker due to factors such as water content or higher temperature that reduces the fluorescence intensity, the measurements can be rapidly enhanced by using a sensitive detector in combination with a powerful light source e.g. laser or high-power LED that delivers optimal excitation wavelength. Since black liquor is not homogeneous, an average of measurements should be provided to obtain more constant and informative data.

## **2.4 Optical measurements – spectral imaging**

A set of spectral images of black liquor and soap samples from a Finnish pulp mill were obtained by using a pushbroom spectrograph (Spectromics laboratory, UEF). The setup shown in Figure 2.7 was capable of delivering spectral images between 250 nm to 600 nm. Due to this method, the whole range of quartz cuvette was captured at once, which resulted in a two-dimensional grayscale picture for each spectral band.



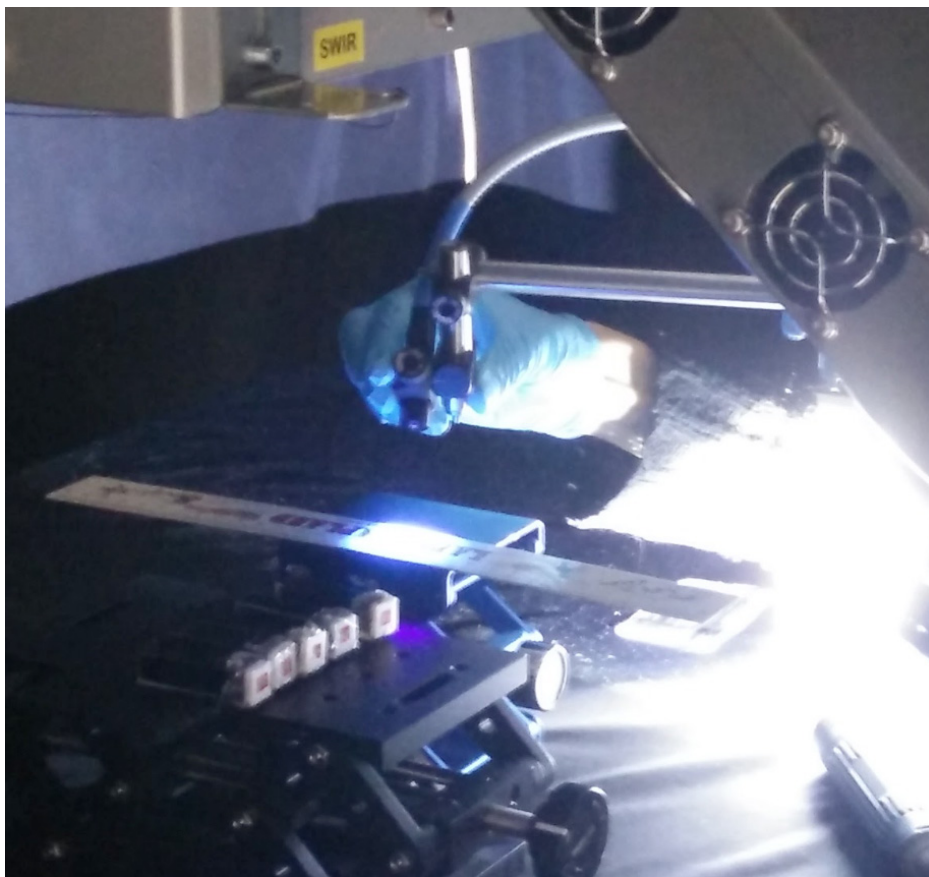


FIG. 2.7. Experimental setup used for obtaining spectral data cube containing spatial and spectral information from the black liquor/soap samples collected from a Finnish pulp mill. The excitation light was focused on the sample and covered the whole sample area. The pushbroom spectrograph was moved by motor stage to scan the desired area and deliver complete spatial information. X and Y axis of the spectral cube correspond to spatial information, and Z axis refers to spectral information. (Image copyright: Piotr Bartczak)

Spectral images were obtained for soap and black liquor samples at the same time. The area was illuminated with the excitation light source corresponding to the optimal excitation wavelength resulting in the highest emission for the soap samples (for this set of samples the best results were specified at 460 nm). The visualization band was set at 542 nm which corresponded to the highest emission peak obtained after the crude tall oil sample was analyzed (see Table 2.1). The combination of the optimal excitation light and the optimal imaging spectral band resulted in a grayscale image that provided spatial distribution information on the crude tall oil content in the black liquor sample (Fig 2.8).



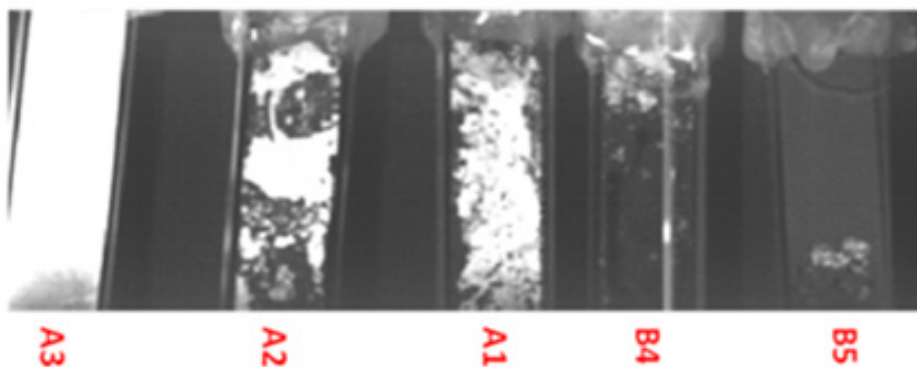


FIG. 2.8. Example results of spectral image for samples collected in a Finnish pulp mill. The spectral image was taken under optimal illumination at 460 nm, and the grayscale spatial image was visualized through the spectral band at 542 nm. The bright area in the image corresponds to the part specified as crude tall oil, whereas the dark area in the cuvettes is related to black liquor. (Image copyright: Piotr Bartczak)

The data provided by the spectral images were analyzed by involving machine vision techniques in order to determine the exact content of crude tall oil (e.g. number of bright pixels) with respect to the amount of dark area (black liquor) within the cuvette's border.

When developing a spectral imaging system for the detection of tall oil content in a chemical pulping mill, the setup could be limited to only two main parts: the modified imaging sensor with at least one optimal filter and a light source of at least one optimal excitation wavelength.

This approach could significantly reduce the complexity of the imaging system and decrease its final cost and size. If more than one imaging band and excitation wavelength are used in the optical-based system, each combination should be optimized for a specific objective e.g. to detect black liquor, soap, tall oil or lignin.

If the tall oil content in black liquor fluid must be determined, the best results might be obtained by combining the optimal excitation light and the optimal pair of imaging spectral band separately for both tall oil and black liquor. The results obtained for each excitation and imaging pair could be superimposed to improve the detection of the border between tall oil and black liquor areas.

It should also be noticed that the optimal excitation wavelength and imaging band is dependent on many factors. Therefore, the imaging system should be calibrated for each pulp mill or all materials used.

## 2.5 Optical-based instrument for fluorescence non-invasive online measurements

Based on the fluorescence measurements of the samples collected from a Finnish pulp mill, the optimal excitation wavelength and spectral band for the detection of the emission peak were specified. A vessel produced by K-Patents was used as a casing to implement the first optical-based instrument for non-invasive fluorescence online measurements. This vessel allowed for instant fluid measurements by inserting its head into the production pipe without stopping the production process in the pulp mill.

The diameter of the vessel allowed to apply several excitation light sources (LEDs) together with the spectrophotometer (Hamamatsu PMA-12) used for fluorescence detection. The LEDs formed circular luminaire to provide as uniform illumination as possible. The spectrophotometer was modified by using cut-off optical filter in order to suppress the signal for the excitation light source. Both excitation and the cut-off wavelengths were selected based on the results obtained from the bispectrometer device. The K-Patent's vessel and its modified head together with the measuring window are presented in Figure 2.9.

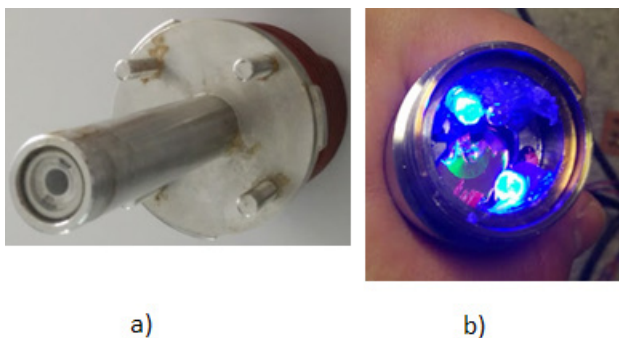


FIG. 2.9. Casing and the measuring head used for non-invasive fluorescence measurements: a) K-Patent's vessel, typically used for fluid measurements in a Finnish pulp mill, b) Imaging window containing excitation illumination and emission detection system. (Image copyright: Piotr Bartczak)

The measurement setup including a PC for data processing and the separate power supply for intensity adjustment of the excitation light source can be seen in Figure 2.10.

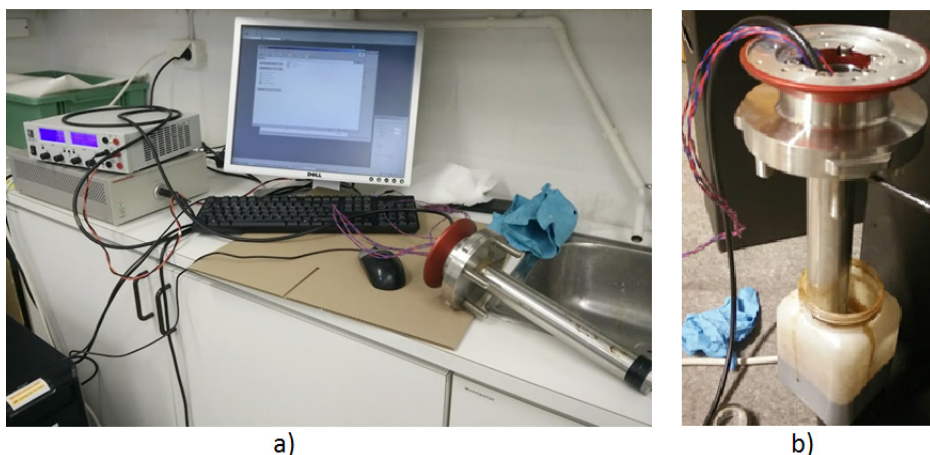


FIG. 2.10. Non-invasive fluorescence measurements for detection of tall oil content in chemical pulping: a) The setup used for testing in a Finnish pulp mill, b) The vessel used for fluorescence measurements. (Image copyright: Piotr Bartczak)

A set of samples from five different sampling areas was collected with the help of a pulp mill technician and measured in the pulp mill laboratory next to the production line. The samples were collected into thermally insulated containers in order to maintain the production temperature while conducting optical measurements with the device. Measurements were repeated several times for the same set of fluid samples in order to test the repeatability of the measurement system. After data analysis, it was proved that the results were repeatable for the same set of samples collected at different times during the production. A short measurement time of  $\sim 100\text{ms}$  allowed for continuous data collection that could be used for the enhancement of Kraft process monitoring and could provide significant information about changes within a selected time span.

The same set of black liquor and soap samples was measured by using the bispectrometer device (SIB Labs, UEF, see Figure 2.3). Reference data was obtained for the spectral range between 300 nm to 750 nm, and the cumulative fluorescence spectra emitted from each sample is presented in Figure 2.11. Moreover, an estimated percentage of tall oil and dry content was obtained based on the content information provided by literature and listed in Table 2.2. The information obtained from literature and the fluorescence measurements by the bispectrometer device both confirmed the dependency between optical properties (intensity, power distribution) and the tall oil content of the sample.

The light emitted from black liquor samples has a much narrower profile and is of lower intensity compared with the soap samples. Correspondingly, soap samples with a higher content of tall oil can be characterized by a broader spectral range of light with a higher intensity level. In addition, when analyzing the spectral power shape of the cumulative fluorescence, several peaks can be noticed in samples with a higher tall oil content.

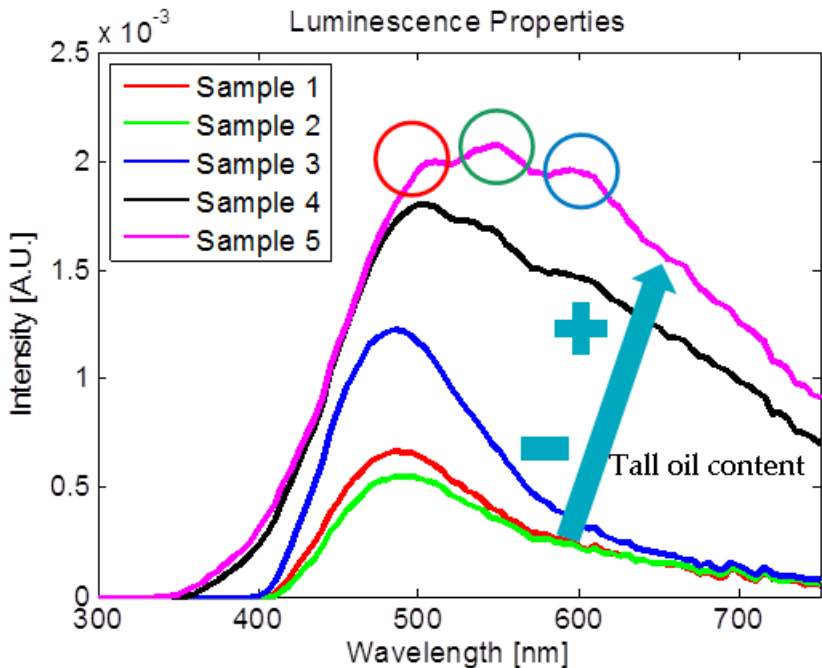


FIG. 2.11. Fluorescence measurements obtained by the bispectrometer device from the samples collected while testing the measurement device for the detection of tall oil content in chemical pulping. Black liquor and soap samples were collected from a Finnish pulp mill and stored in thermally insulated containers to maintain the temperature of the pulp mill environment. The sampling areas and theoretical tall oil content are listed in Table 2.2.

TABLE. 2.2. Information related to the sampling areas in a Finnish pulp mill and corresponding tall oil and dry content values provided by literature. Numbers describe the process stage in the pulp mill from where the samples were collected.

	Sample	Tall oil content [%]	Dry content[%]
1	Thin black Liquor from cooking plant	ca. 0,5	ca. 5
2	Black Liquor to the evaporation plant	ca. 0,05	ca. 5
3	Black Liquor to recovery boiler	ca. 1	72-74
4	Soap after soap collection tank	40-80	Lignin ca. 2
5	Soap to distillation plant	97	Lignin ca. 1

Post-processing and analysis of data were applied to the measurements obtained by the measurement device. The plots corresponding to the content of tall oil in each sample are shown in Figure 2.12.

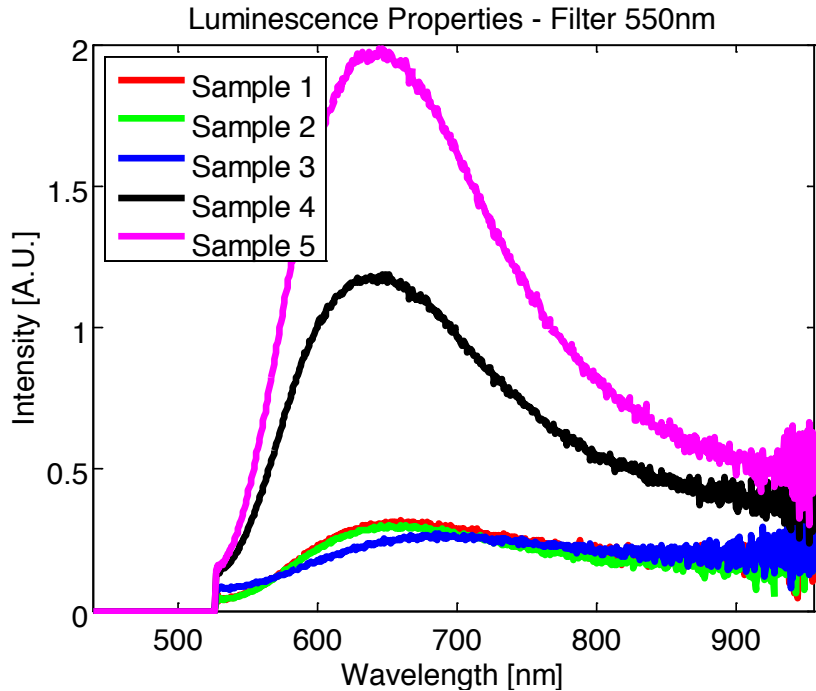


FIG. 2.12. Fluorescence measurements obtained by the measurement device for the detection of tall oil content in chemical pulping. The pulp mill sampling area and theoretical tall oil content are listed in Table 2.2.

## 2.6 Discussion

It seems very challenging to store, measure and study in laboratory conditions the fluorescence properties and their relation to the soap content in the samples taken from the mill. During storage, the physical properties of the samples keep changing i.e. soap is separated from black liquor and even the proper mixing will not guarantee that the essential properties related to fluorescence, e.g. the homogeneity of the sample, are restored. In addition, temperature has a strong effect on the measurement result and soap seems to have a strong tendency to adsorb on the surface of the measuring cell. This adsorption is probably caused by the storage and temperature changes that occur after sampling. This means that these studies should be made on site with freshly obtained samples.

The intensity of the emitted light that was obtained for the optimal excitation wavelength and detected through the spectrophotometer modified by the optical filter shows a similar correlation between tall oil content and fluorescence level as was the case with the results obtained by the bispectrometer device. However, the measurements obtained by the measurement device were conducted in a significantly shorter period of time and allow an instant and continuous analysis which would be impossible with the bispectrometer device. Moreover, the measurement device built in the K-Patent's vessel allows for immediate measurements of the tall oil content in chemical pulping. Currently, the measurement device allows the inserting of the vessel inside the pipe without additional modifications, once permission for such testing has been received from the pulp mill. In addition, the data acquired by the measurement could be remotely sent to another laboratory for analysis. The development of such software should be relatively simple with the current measurement system that consists of certified devices.

It is important to notice that the sensitivity and the accuracy of the measurement device developed during this project cannot be determined without carefully prepared samples. The best system characterization could be obtained when measuring a set of samples with a known tall oil content. In addition, samples for each chemical compound used in the process should also be prepared and measured, and the obtained data should be used in future data analysis. Also, there is no information on how different factors (water content, lignin content, air content, chemical and physical composition of the soap etc.) affect the measurement.

## 2.7 Summary

There seems to be potential to improve the efficiency of soap recovery and separation processes. The chemical components in soap show strong fluorescent properties, and this could be used for the measurement of soap content in black liquor. The tests made in this study showed that fluorescent emission is affected by the soap content in the samples obtained from the mill. Nevertheless, more studies are needed because there is no information on what the relationship between emission and soap content is, how different factors affect this relationship, and what the accuracy of the possible on-line measurement method is.

# 3 DISPERSION ÄLYKÄS HALLINTA KUITULINJASSA

Jari Käyhkö, Heikki Mutikainen, Mika Liukkonen

## 3.1 Taustaa dispersiotutkimukseen

Kemiallisessa metsäteollisuudessa on erilaisten kaasujen käyttö ja hallinta tärkeä osa prosessin toimintaa. Kaasuja käytetään pääasiassa apuaineina erilaisissa prosessivaiheissa, kuten kemiallisen massan happidelignifoinnissa otsonivalkaisussa, floataatiossa, PCC:n valmistuksessa ja vaahtorainauksessa. Kaasujen haittavaikutusten minimointi esim. pesu-, pumpppaus- ja rainausvaiheissa on myös tärkeä osa kemiallisen metsäteollisuuden prosesseja. Aiemmin toteutetussa PulpVision-Tekeshankkeessa kehitettiin uutta kuvantamiseen ja konenäköön perustuvaa kaasudispersion kuplakoon mittausjärjestelmää kemiallisen massan happidelignifointiprosessin seurantaan. Menetelmän toimivuus on todennettu myös tehdasmittauksin havusulfaattisellua valmistavalla linjalla. Happidispersion karakteroinnille ei ole ollut aiemmin menetelmää, joten dispersion laadusta eri prosesseissa ja erityisesti dispersion laadun vaikutuksista prosessin toimintaan ei ole olemassa juurikaan tutkittua tietoa. Tämän takia mittauskehityksen ohella olennaista on myös selvittää, kuinka dispersion laatu vaikuttaa prosessin toimintaan. Tämä antaa edellytykset kaasun sekoituksen optimoinnille, sekoittimien kehitystyölle, prosessin säädölle ja optimoinnille sekä tuotteen laadun parantamiselle.

## 3.2 Dispersiotutkimuksen tavoite

Tavoitteena hankkeessa oli kehittää dispersiomittausmenetelmä jatkuvatoimiseksi sekä osoittaa sen toimivuus erilaisissa kemiallisen massan delignifointiprosesseissa. Lisäksi tavoitteena oli selvittää kaasudispersion ominaisuuksia ja merkitystä delignifoinnin kannalta, luoda osaamista, jolla ko. prosessivaiheita sekä niiden ajomalleja voidaan kehittää, sekä luoda pohjaa ko. mittausmenetelmän hyödyntämiseksi erityyppisten delignifointiprosessien (havu-, koivu-, ja eucalyptuslinjat) seurannassa ja ohjauksessa. Ko. tutkimusten perimmäisenä tarkoituksena oli siis löytää dispersiomittaukselle hyödyntämistapoja prosessin seurannassa ja säädössä.

### 3.3 Dispersiotutkimuksen toteutus

Perustuen aiemmin saatuihin tuloksiin suunniteltiin ja toteutettiin yhteistyössä Pixact Oy:n sekä K-patents Oy:n kanssa jatkuvatoiminen kuplamittaus. Kuplamittareita toteutettiin kaksi kappaletta, joista toinen hankittiin projektin rahoituksella ja toisen kustannuksista vastasi pääasiassa Andritz Oy. Ko. mittaukset olivat käytössä kahdella eri kuitulinjalla, joissa kuukausien prosessiseurannan lisäksi toteutettiin mittavia tehdaskokeita, joissa pääasiassa varioitiin happidelignifoinnin päämuuttujia. Tehtaat olivat vahvasti mukana omalla panoksellaan tutkimusten suunnittelussa, toteutuksessa ja tulosten arvioinnissa. Tehtailta saatiin myös kaikki olennainen prosessidata käyttöön seurantajaksojen ja kokeiden ajalta.

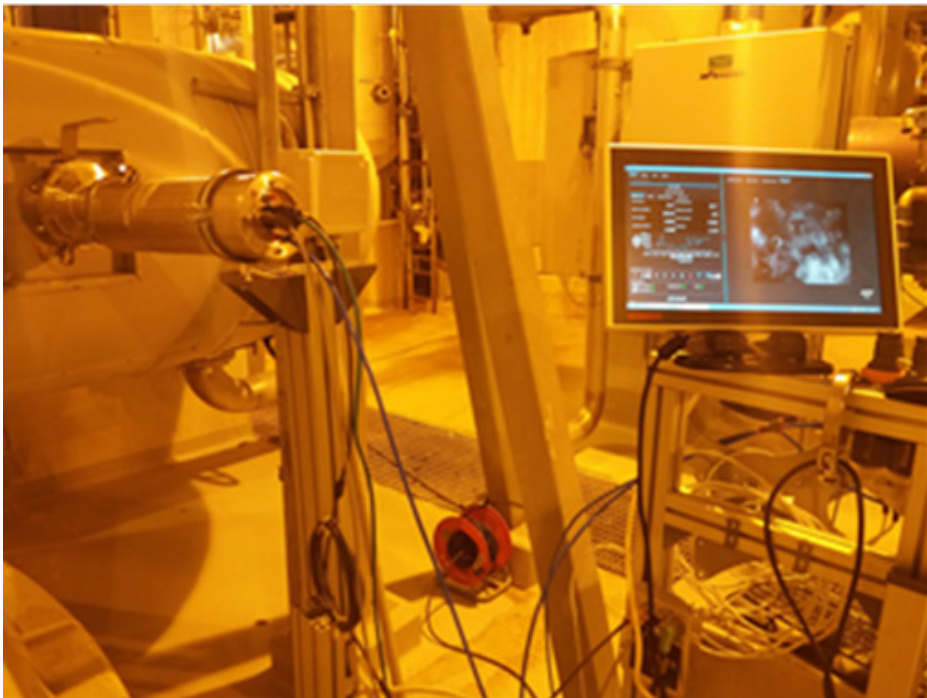
#### 3.3.1 Kuplamittaus

Pixact Bubble Monitoring (PBM) –järjestelmä (kuva 3.1) sisältää seuraavat pääkomponentit: Pixscope-mittauspää, Pixsync-synkronointiyksikkö ja Pixstation-laskenta- ja I/O-yksikkö.

Kuvantamisyksikkö Pixscope käsittää kameran, jossa on suuren suurennoskyvyn mittausslinssi sekä Pixstrobe-valaistusyksikkö. Kuvantamisyksikkö tuottaa 8,4 x 7,1 mm:n kokoisen näkymän, jonka avaruudellinen (spatiaalinen) erottelukyky on 3,4 µm tai kaksinkertaisella suurennoksella 4,2\*3,5 mm ja 1,7 µm. Mittausjärjestelmä perustuu kuplia sisältävän suspension kuvaukseen ja sen jälkeiseen kuva-analyysiin kuplien tunnistamiseksi ja niiden koon mittaamiseksi. Kuvantaminen suoritetaan kustomoidulla mittapäällä, joka on suunniteltu yhteensopivaksi K-patents Oy:n mittausmekaniikan kanssa (kuva 3.2.) Pixscope-mittapää on IP68-suojattu ja se on jäähdytetty paineilmalla.

Pixsync-synkronointiyksikkö toimii kameran ja laserin teholahteenä ja synkronoi ne toistensa kanssa. Pixstation-laskenta ja automaatio (I/O)-yksikkö on sijoitettu IP68-suojattuun kaappiin. Pixstation on yleensä sijoitettu lähelle mittauspäätä. Pixstation-yksikköön kuuluu Beckhoff CX2040 -työasema, joka käyttää Pixact-ohjelmistoa kuvantamisen, analysoinnin ja kommunikation ohjaamiseen ulkoisten järjestelmien kanssa. Mobiiliversioon sisältyy myös IP68-suojattu näyttö järjestelmän käyttöön kenttäolosuhteissa. Pysyvää tai pitkäaikaista käyttöä varten laskenta- ja automaatioyksikkö voidaan sijoittaa tehtaan automaatiohuoneeseen ja näyttö valvomoon.



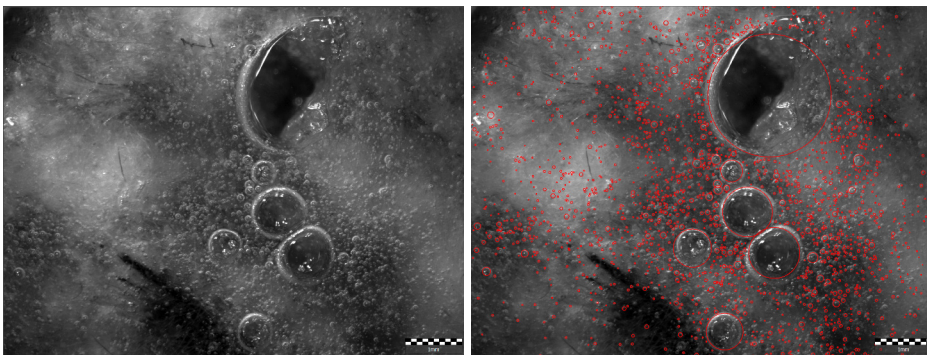


KUVA 3.1. Prosessiin asennettu mittausjärjestelmä sisältäen mahdollisuuden paikan päällä tapahtuvaan prosessivalvontaan ja järjestelmän säätöön (kuva: Pixact Oy ja Jari Käyhkö)



KUVA 3.2. The K-patents Oy:n asennusyhteen ansiosta mittalaite voitiin asentaa prosessiin ilman seisokkia (kuva: Jari Käyhkö).

Pixact Oy:n kehittämää kuva-analyysin algoritmia käytettiin kaasukuplien havaitsemiseen ja niiden halkaisijoiden mittaamiseen (kuva 3.3.). Kaasukuplat näkyvät kirkkaina renkaina tummalla pohjalla. Renkaat tunnistetaan iteratiivisella pienimmän neliösumman ympyräsovituksella. Pyöreän tai lähes pyöreän kaasukuplan paikallistamiseksi vähintään 50 % renkaan ääriviivoista tulee olla näkyvissä kuvassa kuplan koosta riippuvan säteen sisällä. Suuret kaasukuplat voivat olla epäsäännöllisemmän muotoisia.



KUVA 3.3. a) Alkuperäinen kuva kuplavirtauksesta, jota valaistaan rengasvalolla. b) Havaitut kuplat on ympäröity punaisella ääriviivalla. Kuvat ovat koivulinjalta reaktorin alaosassa olevalta mittarilta (kuva: Jari Käyhkö/Heikki Mutikainen).

PBM:n tuottama kuplakokodata keskiarvoistaan 60 sekunnin ajalta ja raportoidaan 30 sekunnin välein tehtaan tietojen keräysjärjestelmään sekä rivimuo-

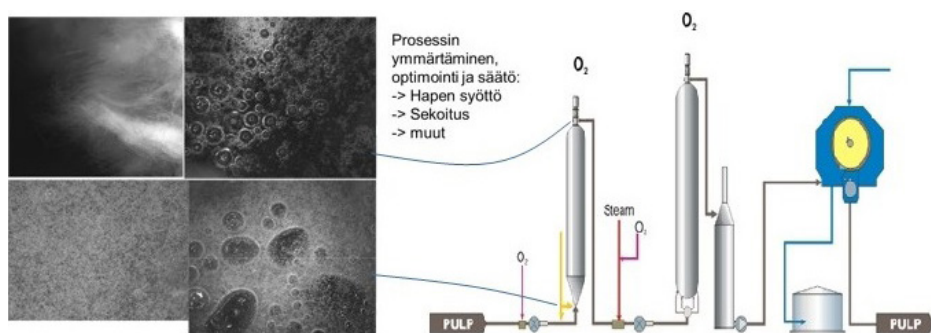
dossa Excel-tiedostoon. Tiedot sisältävät kuplakoon numeerisen, Sauter- ja tilavuuspainotetun jakauman ja muita tilastollisia arvoja, kuten keskihajonta- ja keski poikkeama-arvot, D10:n, D50:n ja D90:n prosenttipisteet (persentiilit) jakaumasta sekä kuplamäärän kuvaa kohti. Taulukossa 3.4 esitetään esimerkki tulostetusta Excel-sivusta.

TAULUKKO 3.4. Esimerkki kuplakokodatasta.

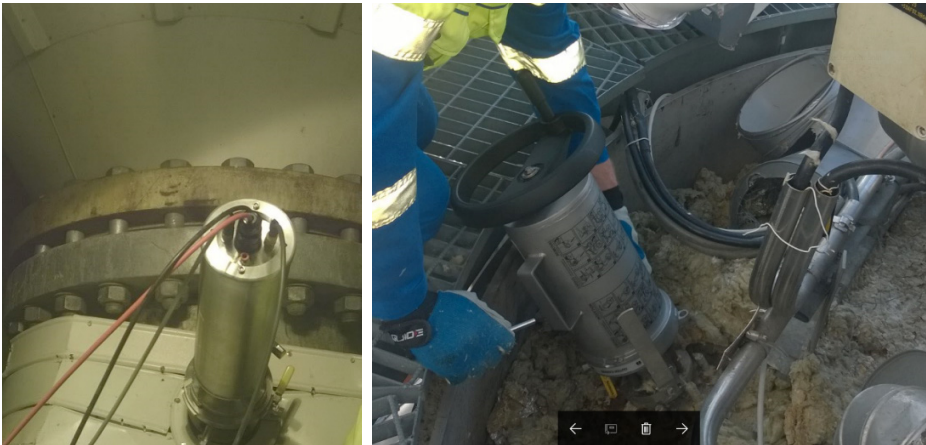
Timestamp	Number of images [pc]	Number of bubbles [p]	Number of bubbles [p]	Number of microbubbles [p]	Arithmetic mean diam [mm]	Sauter mean [mm]	Volumetric mean [mm]	DN 10 size [mm]
2016-11-16 14:45	36	16668	463	0	0,052322114	0,15915968	0,369514909	0,034285472
2016-11-16 14:46	70	32120	458,8571429	0	0,052361613	0,186584389	0,476620877	0,034229759
2016-11-16 14:46	112	51403	458,9553571	0	0,052515661	0,204773883	0,525444659	0,034229492
2016-11-16 14:47	146	67098	459,5753425	0	0,052287401	0,193977805	0,502881582	0,03424648
2016-11-16 14:47	155	71442	460,916129	0	0,052421475	0,217356341	0,551543796	0,034299181
2016-11-16 14:48	154	71493	464,2402597	0	0,05232271	0,213832406	0,53876365	0,034344708
2016-11-16 14:48	154	71356	463,3506494	0	0,052184259	0,19810876	0,509186521	0,034432171
2016-11-16 14:49	157	70046	446,1528662	0	0,052292993	0,209448042	0,535442209	0,034361382
2016-11-16 14:49	160	69763	436,01875	0	0,052125948	0,189393556	0,491444637	0,034293211
2016-11-16 14:50	160	68196	426,225	0	0,052397941	0,211064433	0,546931659	0,034262204
2016-11-16 14:50	160	67075	419,21875	0	0,052424338	0,214190453	0,544133876	0,034057435
2016-11-16 14:51	159	68393	430,1446541	0	0,052510601	0,213658256	0,535203076	0,034001281
2016-11-16 14:51	157	68241	434,656051	0	0,05276531	0,230751054	0,568239943	0,033903392
2016-11-16 14:52	158	68867	435,8670866	0	0,05252955	0,217094021	0,543915659	0,033913309
2016-11-16 14:52	158	68950	436,3924051	0	0,052568673	0,217279519	0,53324352	0,033962338
2016-11-16 14:53	159	69366	436,2641509	0	0,052470447	0,220456933	0,551525668	0,034083135
2016-11-16 14:53	159	69674	438,2012579	0	0,05222034	0,195795754	0,491086927	0,034129839
2016-11-16 14:54	159	69709	438,4213836	0	0,052308992	0,203707031	0,491475843	0,034000879
2016-11-16 14:54	160	69349	433,43125	0	0,052116289	0,207279014	0,511349568	0,033997171
2016-11-16 14:55	159	70036	440,4779874	0	0,052169884	0,207187598	0,505167102	0,033973634
2016-11-16 14:55	159	69527	437,2767296	0	0,052312015	0,23293393	0,57033409	0,033918551
2016-11-16 14:56	159	71085	447,0754717	0	0,052206197	0,232658133	0,600800416	0,033908225

### 3.3.2 Tutkimukset havupuulinjalla

Happivaiheeseen asennettiin kuplamittaukset kuvan 3.5 mukaisesti. Reaktorin alaosaan mittalaite asennettiin syöttöputkeen n. 5 m sekoittimen jälkeen ja yläosaan reaktorin kalottiin juuri ennen purkainta (kuva 3.6).



KUVA 3.5. Kuplakokomittauksen asennuspaikat ja esimerkkikuvia



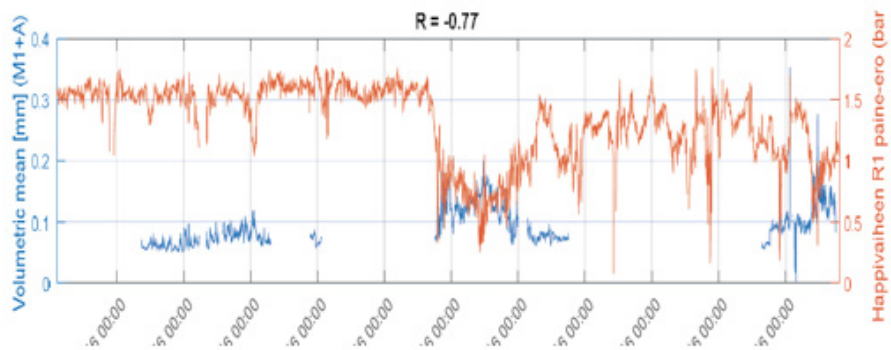
KUVA 3.6. Kuplakokomittauslaite asennettuna reaktorin alaosaan sekä kuva yläosan asennusvaiheesta (kuva: Jari Käyhkö)

Aluksi prosessiin asennettiin alamittauslaite ja seurattiin sen toimintaa. Kuva-tarkkuus oli hieman oletettua huonompi, joten rakennettiin uusi optinen järjestelmä, jolla tarkkuus tuplaantui ja toisaalta kuva-ala pieneni neljännekseen alkuperäisestä. Asennuksen jälkeen kuplamittari jätettiin mittaamaan (n. kahdeksi kuukaudeksi) ja samalla seurattiin sen toimintaa sekä paranneltiin mm. konenäkö-tunnistuksen parametointia. Noin kuukausi alamittauksen asennuksen jälkeen asennettiin myös ylämittauslaite. Mittareiden toiminnassa ei ilmennyt vakavia puutteita ja mm. näkölasi pysyi puhtaana. Mittausdalle ja kerätylle prosessidalle tehtiin korrelaatiolaskennat sekä yli 0,5 korrelaatioiden osalta tulosten visualisointi. Merkittävimmät havaitut korrelaatiot on esitetty taulukossa 3.1 ja esimerkkejä tulosten visualisoinnista kuvassa 3.7 ja 3.8.

TAULUKKO 3.1: Merkittävimmät havaitut korrelaatiot alamittauksen tilavuuspainotetun kuplakoon ja prosessisuureiden välillä.

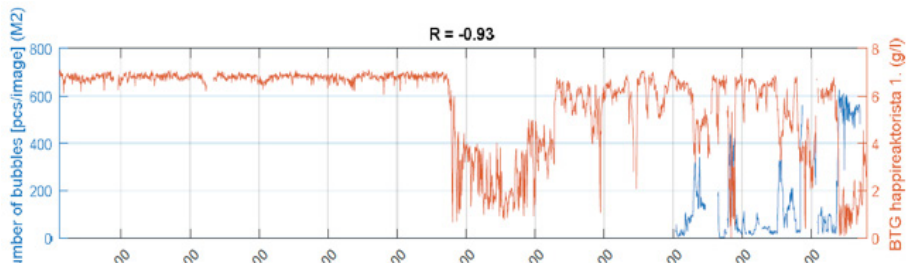
VARIABLE	CORRELATION
BTG happireaktoriin 1. (g/l)	-0.53
BTG happireaktorista 1. (g/l)	-0.81
Happiv.syöttöp.raj. (bar)	-0.54
Happivaiheen laskennallinen sakeus (%)	-0.74
Happivaiheen R1 paine-ero (bar)	-0.77
O2-pesurin paluusuodos (l/s)	0.63
Purkupurk.reaktori 1. Virtamittaus (A)	-0.52
Puskun sakeus (%)	-0.55
SVN happire.2:een (bar)	-0.76
pH 2-happireaktoriin (pH)	-0.57
Syöttöpurk. Reakt.2. Virtamittaus (A)	-0.71
Syöttös.pohjakaav.. Virtamittaus (A)	0.56
Happi R1 toteutunut (kg/ADt)	0.65





KUVA 3.7. Esimerkkejä tulosten visualisoinnista: Alamittauksen tilavuuspainotettu kuplakoko (sininen) ja happivaiheen paine-ero (punainen).

VARIABLE	CORRELATION
BTG happireaktorista 1. (g/l)	-0.93
Happireaktori 1 (bar)	-0.51
Happireaktori 1 (bar)	-0.50
Happivaiheen laskennallinen sakeus (%)	-0.81
Happivaiheen R1 paine-ero (bar)	-0.79
Purkupurk.reaktori 1. Virtamittaus (A)	-0.62
SVN happire.2:een (bar)	-0.65
Syöttöpurk. Reakt.2. Virtamittaus (A)	-0.76
Syöttös.pohjakaav.. Virtamittaus (A)	0.65
Happi R1 toteutunut (kg/ADt)	0.61
Volumetric mean [mm] (A)	0.56



KUVA 3.8. Esimerkkejä tulosten visualisoinnista: Ylämittaus kuplien lukumäärä (sininen) ja Reaktorin yläosassa oleva BTG-ligniini-mittaus (punainen).

Merkittäviä korrelaatioita voitiin havaita paljon ja seuraavaan luetteloon koostettu näistä tehty olennaisimmat havainnot:

- Mitä enemmän liuennta ligniiniä (BTG happireaktoriin), sitä pienempi kupla alamittauksessa. Tämä indikoi, että liuenneet aineet parantavat dispergoitumista. Toinen vaihtoehto on, että suurempi ligniinimäärä kuluttaa nopeammin happea, jolloin kuplat pienenevät. Tämä on kuitenkin

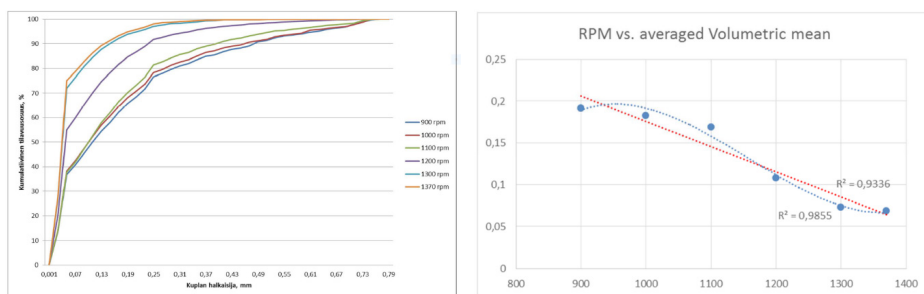
erittäin epätodennäköistä, koska viive happisekoittimelta mittaukseen on vain n. 10 sekuntia ja kineettisten tarkastelujen perusteella [Heiningen A.] happea ei tuona aikana vielä ennätä liukenemaan juuri ollenkaan.

- Ylämittarilla ja syöttöpurkain reaktorin 2 virtamittauksen korrelaatio on -0,76. Tämä on ennen 2. reaktoria oleva erillinen purkain ja tulos hyvä, koska kaasun määrän tulisi vaikuttaa purkaimen kuormaan. 1. reaktorin yläpurkain on pumppaava ja siten ei niin herkkä kaasupitoisuudelle, joten luonnollisesti ko. korrelaatio ei ole niin vahva (-0,62).
- Kun hapen syöttö kasvaa, kuplat kasvavat alhaalla ja ylhäällä.
- Ylhäällä kuplien määrän kasvaessa myös koko kasvaa.
- Happivaiheen R1 paine-ero kertoo, mikä on tiheys eli kaasun määrä reaktorissa. Tällä on voimakas korrelaatio alamittauksen kuplakokoon ja ylämittauksen kuplien määrään. Tämä johtunee aika pitkälle hapen syöttömäärän vaihteluista; mitä enemmän happea syötetään, sitä isompana kuplat tulevat reaktoriin, kaasun määrä reaktorissa kasvaa ja reaktorin läpi menevän kaasun määrä kasvaa.
- Happivaiheen laskennallisella sakeudella on vahva korrelaatio kuplamittauksiin, mutta tämä johtuu siitä, että ko. suure lasketaan suoraan happivaiheen R1 reaktorin paine-erosta.
- Reaktorin yläpäässä kuplien määrän kasvaessa myös niiden koko kasvaa.
- Ylä-BTG ja yläkuplamittauksen vahva korrelaatio -> kaasu haittaa BTG-mittausta.
- Ylä- ja alamittauksella korrelaatio (0,56).
- Kirjallisuudessa on esitetty, että happikuplat saattavat yhtyä ja kasvaa isommiksi reaktorissa. Tässä tehtyjen mittausten osalta ko. prosessissa ei näyttäisi tapahtuvan merkittävää kuplien koalesenssia.
- 10 viimeistä mittauspäivää: liuenneessa aineessa tapahtuu muutos (BTG:t ja K-PAT:t arvot laskevat hieman) syötettävän hapen kuplakoko kasvaa ja reaktorin läpi menevän hapen määrä kasvaa voimakkaasti ja kappareduktio laskee. Syötettävän hapen määrää myös tässä nostettu Happi R1 on toteutunut 15-> 20 kg, mikä voi osaltaan selittää kuplakoon kasvun.
- Ylämittaus ei ollut päällä kuin reilun viikon, mutta tämän ja ylhäällä olevan BTG-mittauksen korrelaatiosta sekä happivaiheen paine-eromittauksesta voidaan havaita, että mittausjakson keskiosilla reaktorissa olevan ja reaktorin läpi menevän happikaasun määrä on lisääntynyt selvästi.

Datasta ei havaittu merkittäviä korrelaatioita kuplamittausten ja kappareduktion välillä. Toisaalta esim. happikaasun syöttömäärälläkään ei havaittu korrelaatiota kappareduktioon. Tulokset osoittavat, että molemmat mittaukset toimivat

ja niillä saadaan uutta tietoa happidispersion laadusta ja käyttäytymisestä reaktorissa. Saatua aineistoa ja havaittuja korrelaatioita voidaan hyödyntää jatkossa selvittäessä dispersion merkitystä sekä kuplakokomittauksen potentiaalia prosessin seurannassa ja säädössä.

Lyhyillä koeajoilla tutkittiin, kuinka sekoittimen kierrosnopeus vaikuttaa kuplakokoon (kuva 3.9). Kierrosnopeuden vaikutus kuplakokoon oli hyvin selkeä; Kierrosnopeuden lasku 1370 rpm -> 900 rpm kasvatti kuplakokoon kolminkertaiseksi. Kierrosnopeuden nosto 1300 rpm -> 1370 rpm ei tässä tapauksessa juurikaan vaikuttanut kuplakokoon. Normaalisti ajossa käytetty kierrosnopeus on alueella 1200–1300 rpm, mikä tämän tuloksen mukaan näyttäisi järkevältä; kierrosnopeuden nosto tästä ei välttämättä pienennä kuplia, mutta lasku voi suurentaa kuplia merkittävästi.

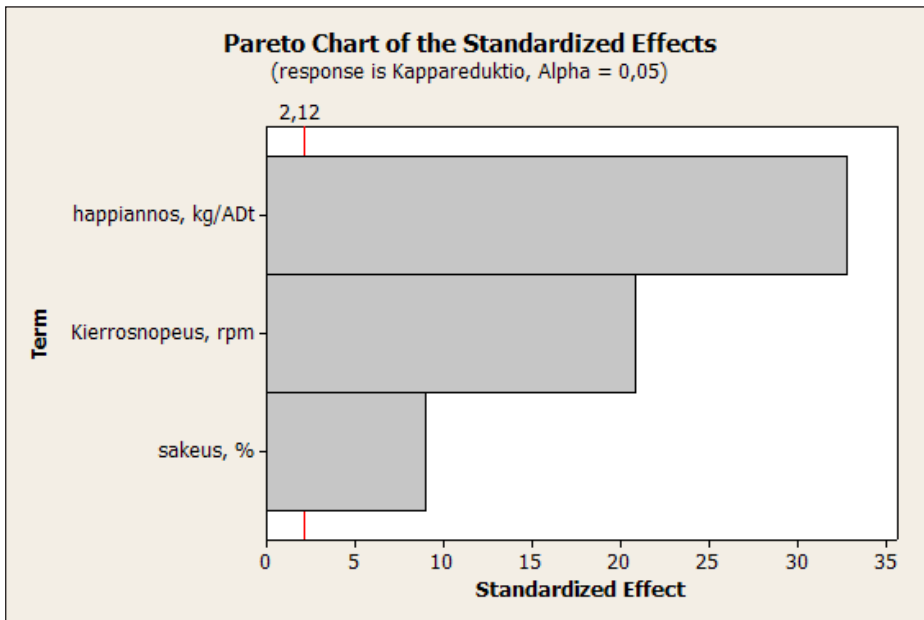


KUVA 3.9. Sekoittimen kierrosnopeuden vaikutus kumulatiiviseen tilavuuspainotteiseen kuplakokojakamaan

Tehdaskokeissa tehtiin kahdeksan koepisteen faktorikoesarja. Jokaista koepistettä ajettiin muutama tunti niin, että prosessi ennätti tasaantua. Muutettavat prosessisuuret ja vaihteluvälit olivat seuraavat:

- Sekoittimen kierrosnopeus 1100–1300 rpm
- Sakeus 10–12 %
- Happiannos 14–18 kg/Adt

Kuvassa 3.10 on esitetty eri muuttujien vaikutus kappareduktioon.



KUVA 3.10. Eri muuttujien vaikutus kappareduktioon

### 3.3.3 Tutkimukset koivupuulinjalla

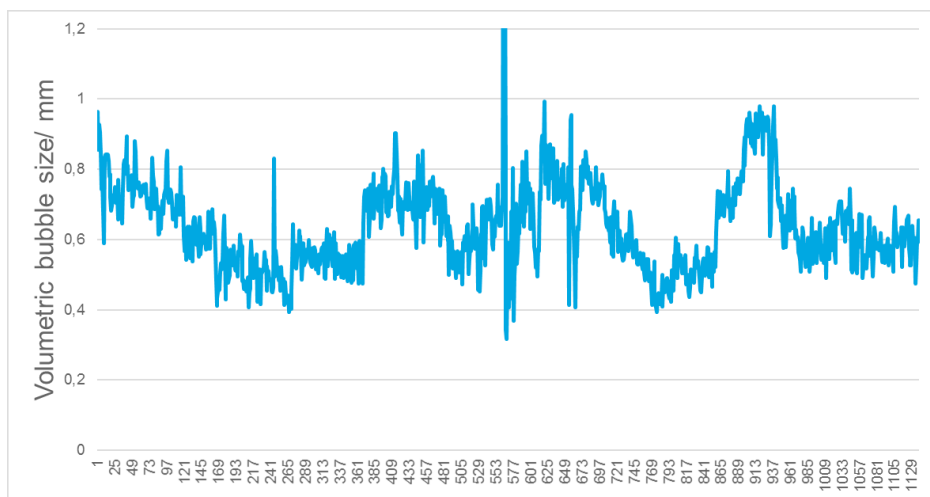
Myös koivupuulinjalla mittaukset asennettiin reaktorin ylä- ja alaosaan. Koivulinjalla reaktorin yläpäässä esiintyi paljon suuria epämääräisen muotoisia kuplia, joita ei saatu kunnolla tunnistettua, jolloin mittauksesta oli tutkimukselle aika vähän hyötyä. Mittausaluetta suurentamalla ja tunnistusalgoritmia parantamalla tilannetta olisi mahdollista parantaa, mutta tässä hankkeessa näihin toimenpiteisiin ei ryhdytty. Lisäksi ko. kohteessa esiintyvien isojen kuplien takia mittaus kannattaisi ehdottomasti sijoittaa reaktorin yläpäähän pystysuoralle osuudelle, koska ko. isot kuplat voivat kohota ja konsentroitua mittausalueelle. Lisäksi massan virtaus kalottialueella voi olla epästabiilimpaa ja olla välillä jopa pysähdyksissä mittauksen kohdalla. Reaktorin alapäässä olevan mittauksen kuva ei aluksi pysynyt terävänä johtuen kohteessa esiintyvistä voimakkaasta tärinästä, mutta tämä saatiin korjattua asentamalla mittaukselle tuenta.

Kuvassa 3.11 esitetään 1,5 kuukauden jakson aikana mitatut tilavuuspainotetut kuplakoot. Mittaukset ja saadut kuvat (katso kuva 3.3) osoittivat, että kaasun jakautuminen tässä koivusellun suspensiossa ei ollut yhtä homogeenista kuin havusellussa [13]. Erittäin suuria kuplia esiintyi; kuplat olivat myös epäsuunnollisia ja niitä ei voitu mitata tarkasti. Keskimääräinen aritmeettinen kuplalah-



kaisija oli kuitenkin 48  $\mu\text{m}$  tyypillisissä prosessiolosuhteissa ja keskimääräinen tilavuuspainotettu halkaisija oli noin 500  $\mu\text{m}$ . Aritmeettinen kuplahalkaisija on siis likimäärin yhtä suuri, mutta keskimääräinen tilavuuspainotettu halkaisija on kymmenkertainen havuselluun [13] verrattuna. Kuvassa 3 esitetään myös lyhyen ja pitkän aikavälin vaihtelu keskimääräisessä kuplailavuudessa, kun kuplakoko on 0,4–1 mm. Tämä merkitsee sitä, että kuplien pinta-ala vaihtelee samassa suhteessa. Suurten kuplien esiintyminen voi myös edistää kuplien yhteensulautumista ja hapen epätasaista jakautumista sellussa. Koeajojen aikana tehdas on ollut normaalissa tuotantotilassa (huomioiden normaalit prosessimuutokset tuotantomäärissä, kemikaalien annostelussa, sellun sakeudessa jne.).

Havaittu vaihtelu korreloi merkittävästi tuotannon kanssa ja tämän johdosta kuplakoolla havaittiin myös merkittävää korrelaatiota useiden tuotannon kanssa korreloivien suureiden kanssa, mutta muuta merkittävää tulosta prosessisuureiden vaikutuksesta kuplakokoon tai kuplakoon vaikutuksista prosessiin ei tästä seurannasta saatu.

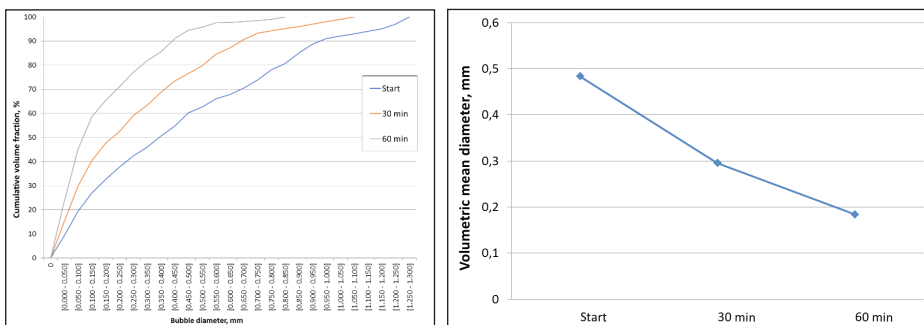


KUVA 3.11.Mitatut tilavuuspainotetut kuplakoot 1,5 kuukauden mittausjaksolla

Merkittävästi suurempien kuplien esiintymisestä ilmeni tarve löytää selitys havaitulle erolle. Kuitulaboratoriossa tehtiin joitakin testejä simuloimaan suodoksen vaahdotuskykyä sellususpensiosta ja havaittiin, että vaahdonestoaineen käyttö vaikuttaa dramaattisesti kaasun dispersioon hapen delignifioinnissa (katso kuva 3.12). Yksi kokeilujakso suoritettiin tehtaalla keskeyttämällä vaahdonestoaineen syöttö DD1-pesuriin ja tarkkailemalla sen vaikutusta kaasudispersioon happisekoittimen jälkeen, (kuva 3.13).



KUVA 3.12. Vaahdon muodostus eri tilanteissa. a. Havusuodos. b. Koivusuodos johon lisätty 3000 ppm mäntyöljyä, ennen lisäystä koivusuodos vaahtosi hieman. c. Edelliseen lisättynä 100 ppm tehtaalla käytettävää vaahdonestoainetta. d. havusuodos johon lisätty 100 ppm vaahdonestoainetta (kuva: Jari Käyhkö)



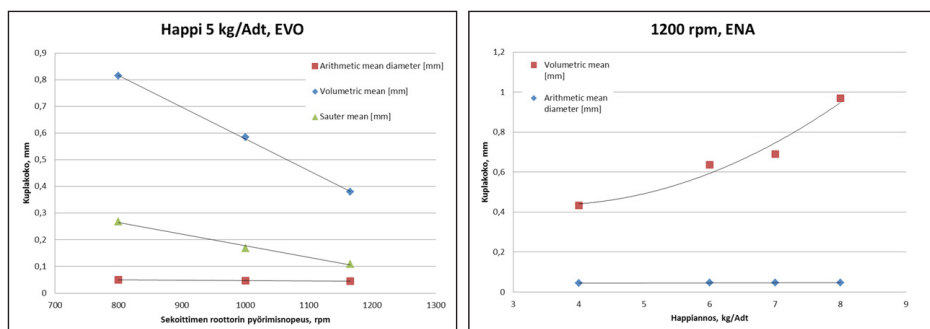
KUVA 3.13 a) Tilavuuspainotettu hapen kuplakokojakauma havusellussa happisekoittimen jälkeen. b) Tilavuuspainotettu keskimääräinen kuplahalkaisija happisekoittimen jälkeen, kun vaahdonestoaineen syöttö DD1-pesuriin oli suljettu

Koivusuodoksen vaahtoavuutta yritettiin parantaa myös lisäämällä suodokseen mäntyöljyä ajatuksella, että ko. dispergointiaineella voitaisiin käytännössä säätää happivaiheen kuplakokoa halutulle tasolle. Kuvan 3.12b mukaan hyvin suurellakaan lisäysmäärällä vaahtoavuutta ei saatu lähellekään samaa tasoa kuin havusuodoksella. Oletuksena oli, että koivusuodoksessa oleva vaahdonestoaine tässäkin tapauksessa estää tehokkaasti vaahdon/kuplan muodostusta. Dispergointiaineiden käyttö happivaiheen dispersion hallintaan olisi sinänsä mielenkiintoinen ja käytännössäkin toteutuskelpoinen ratkaisu, mutta hankkeessa ei tähän aiheeseen ehditty tämän enempää panostamaan.

Kuten kuvista 3.13a ja 3.13b havaitaan, vaahdonestoaineen käyttö ensimmäiseen ruskean massan pesuriin näyttää kasvattavan tilavuuspainotettua kuplako-

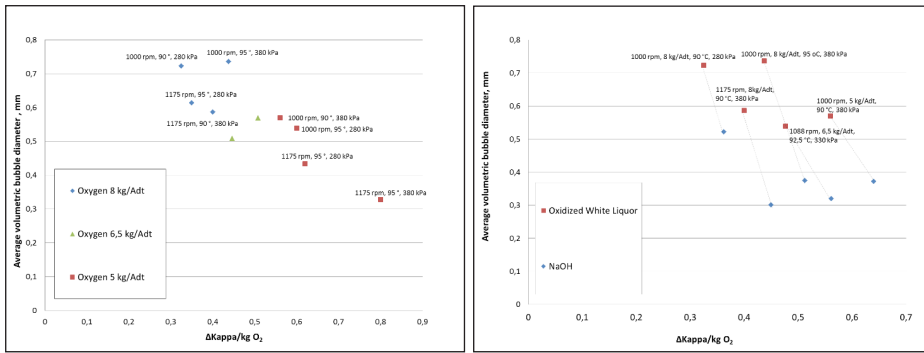
koa happidelignifioinnissa arviolta 250 %, arvosta 0,2 arvoon 0,5 mm. Tämä tarkoittaa myös epävakaa dispersiota happireaktorissa, mikä voi johtaa kappareduktion huononemiseen.

Sekoittimen pyörimisnopeudella ja happiannoksella havaittiin molemmilla merkittävä vaikutus happidispersioon kuplakokoon (kuva 3.14). Happiannoksen osalta mielenkiintoista on se, että annoksen tuplaantuessa kuplakoko kasvaa kaksinkertaiseksi eli käytännössä happiannoksen lisäys ei lisää kuplien pinta-alaa, mikä on olennainen tekijä hapen liukenemisnopeuden kannalta. Käytännössä tämä tarkoittaa sitä, että happiannos ja sekoittimen kierrosnopeus tulisi sitoa toisiinsa; happiannosta kasvatettaessa myös sekoittimen kierrosnopeutta tulisi lisätä ja päinvastoin.



KUVA 3.14. Sekoittimen kierrosnopeuden ja happiannoksen vaikutus kuplakokoon sekoittimen jälkeen.

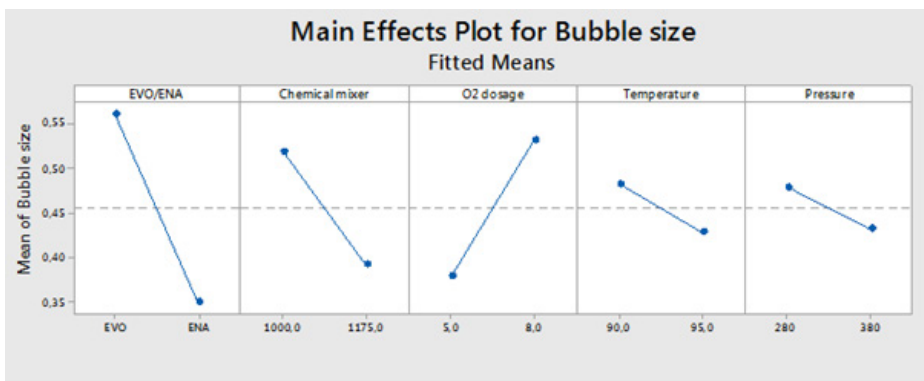
Tehdaskoeajot suoritettiin kahdella viikon mittaisella jaksolla. Ensimmäinen viikon pituinen koeajo liittyi hapetetun valkolipeän käyttämiseen alkalisena happivaiheessa ja toisen viikon koeajon aikana käytetty alkali oli NaOH. Tulokset osoittivat, että käytetyllä alkalilla oli merkittävä vaikutus happidispersioon, sillä keskimääräinen tilavuuspainotettu kuplakoko pieneni 26–49 %, kun hapetettu valkolipeä korvattiin NaOH:lla.



KUVA 3.15. A) Keskimääräinen tilavuuspainotettu kuplan halkaisija verrattuna kappareduktioon b) Käytetyn alkalin vaikutus kappa-happidiseroon ja kappareduktioon tehdaskoeajoissa.

Kuten kuvasta 3.15 a voidaan havaita, tilavuuspainotettu keskimääräinen kuplahalkaisija on 8 kg/admt happimäärällä suurempi kuin 5 kg/admt happimäärällä. Lisäksi kappareduktio käytetyn hapen määrää kohden on huomattavasti pienempi. Kun käytetty alkali vaihdettiin hapetetusta valkolipeästä NaOH:iin, kuplakoko laski ja saatu kappareduktio näytti nousevan hieman. Parhaimmillaan kappareduktio parani 28 %. Tämä on esitetty kuvassa 3.15b, jossa yhtenevät näytteenottopisteet on yhdistetty katkoviivalla.

Faktorianalyysin tulokset vahvistavat, että kaikilla muuttujilla oli tilastollisesti merkitsevä vaikutus kuplakokoon (kuva 3.16). Käytetyn alkalin vaikutus oli merkittävin, mutta myös kemikaalisekoittimen roottorin nopeudella oli huomattava vaikutus jopa pienellä lisäyksellä arvosta 1000 rpm arvoon 1175 rpm. Faktorianalyysin tulokset myös vahvistavat oletuksen, että mittausmenetelmä kykenee mittaamaan sekoitustehokkuuden vaikutuksia kuin myös muiden prosessiparametrien vaikutuksia dispersion kuplajakaumaan.



KUVA 3.16. Faktorianalyysin tulokset, tärkeimmät kuplakokoon vaikuttavat tekijät

Faktorianalyysi osoitti, että reaktoripaineella ja käytetyllä alkalilla oli merkittävin vaikutus kappareduktioon. Sekoitusroottorin nopeudella ei ollut merkittävää vaikutusta kappareduktioon, mutta sillä oli tilastollisesti merkitsevä rinnakkainen vaikutus käytetyn alkalin ja paineen kanssa. Käytetty sekoittimen roottorin nopeusalue oli liian kapea, mistä voi johtua se, että roottorinopeuden vaikutus ei ollut riittävän selvä.

### 3.4 Yhteenvetoa dispersiotutkimuksesta

Happidelignifiointi on keskeinen vaihe kemiallisen massan valmistusprosessia ja hapen sekoitus ja riittävä dispergoituminen on perusedellytys happivaiheen toiminnalle. Dispergoitumista ja tämän merkitystä prosessiin ei ole maailmassa muiden toimesta tutkittu ja Kuitulaboratorio on ensimmäisenä toteuttanut mittausjärjestelmän, jolla dispersion kuplakokoa voidaan mitata MC-massasta. Tässä hankkeessa ko. menetelmä toteutettiin jatkuvatoimisena mittauksena ja selvitettiin mittauksen toimintaa ja yhteyttä eri prosessisuureisiin kahdella eri kuitulinjalla. Pixact Oy oli mittauksen toteutuksessa merkittävä toimija ja lisäksi K-Patents Oy:n asennusyhteen ansiosta mittalaite voitiin asentaa ilman seisokkia, mikä oli olennaista tutkimusten onnistumisen kannalta. Mittaustulosten korrelaatio prosessisuureisiin oli selkeästi havaittavissa. Eri linjoilla tehdyissä mittauksissa kuplakoossa havaittiin kymmenkertainen ero; havulinjalla kuplat olivat pienempiä kuin koivulinjalla. Lisäksi prosesseissa esiintyi merkittävää vaihtelua reaktoriin syötettävän dispersion kuplakoossa sekä reaktorista poistuvan kaasun määrässä ja kuplakoossa. Sekoituksella on mahdollista vaikuttaa kuplakokoon. Vaahdonestokemikaalin vaikutusta tutkittiin tehdas- ja laboratoriomittakaavassa ja molemmissa vaikutus havaittiin merkittäväksi; tehtaalla vaahdonestokemikaalin syötön lopettaminen happivaihetta edeltävälle pesurille vähäksi aikaa pienensi kuplakoon happivaiheessa noin kolmanteen osaan. Mittauksia heikentävää mittapään likaantumista ei todettu merkittävässä määrin. Tehdastutkimuksissa saatiin myös alustavia tuloksia, joiden mukaan sekoituksella/kuplakoolla on vaikutusta delignifioitumisasteeseen. Ko. yhteys on olennaisin kysymys mittauksen säätötekniikan hyödynnettävyyden kannalta.

Jo nykyisellään mittausta voisi soveltaa säätöön sijoittamalla mittaus reaktorin yläosaan ja toteamalla jäännöshapen määrä ja dispergoitumisaste ja säätämällä näiden mukaan syötettävän hapen määrää ja dispergoitumiseen vaikuttavia muuttujia esim. sekoittimen kierrosnopeutta. Tärkein kysymys tässä on se, mikä on optimi jäännöshapen määrä ja dispergoitumisaste tai näiden yhdessä muo-

dostama kaasun pinta-ala. Prosessikohtaisilla arvioilla ja kokeilla likiarvo ko. suureille voisi olla mahdollista kartoittaa. Toisena mahdollisuutena on arvioida laskennallisesti liuenneen hapen määrää reaktorissa suhteessa saturaatiopisteeseen, kun kupladispersio reaktorin syötössä ja tarvittavat muut prosessisuureet tunnetaan. Tämän tyyppisiä laskennallisia tarkasteluja on tehty mm. Mainen yliopistossa/USA Professori Adriaan Van Heiningenin tutkimusryhmässä, mutta sillä ei ole ollut tällöin käytössä prosessin kuplakokodataa ja aineensiirto on arvioitu karkeammilla laskennallisilla menetelmillä. Hankkeen aikana luotiin myös yhteydet ko. ryhmään ja työn alla on nyt kyseinen laskennallinen tarkastelu ja yhteisjulkaisu perustuen nyt näiltä kahdelta tehtaalta saatuun dataan.

Vastaavaa dispersiomittausta ei ole aiemmin maailmassa toteutettu edes hetkellisenä, saati sitten jatkuvana, online -mittauksena. Menetelmästä on mahdollista kehittää säätötekninen sovellus. Lisäksi mittaus antaa erinomaisen mahdollisuuden ymmärtää happidispersion rooli ja vaikutukset erilaisissa happidelignifointiprosesseissa. Jos prosessia voidaan ajaa koko ajan optimaalisella happiannoksella ja dispersiolla, voidaan prosessin muita säätömuuttujia optimoida pitkällä jännteellä paremmin ja prosessia voidaan ajaa taloudellisemmin, stabiilimmin, suuremmalla delignifointiasteella tai tuotannolla. Ottaen huomioon happidelignifoinnilla käsiteltävän kuitumateriaalin määrän maailmassa (n. 100 miljoonaa tonnia/vuosi) saavutettavat, energia-, materiaali- ja ympäristötehokkuus sekä tuotannolliset ja taloudelliset vaikutukset voivat olla erittäin merkittävät. Dispersioon liittyvää ymmärrystä voidaan hyödyntää myös happidelignifoinnissa käytettävien prosessilaitteiden, lähinnä sekoittimien ja reaktoreiden kehityksessä ja mitoituksissa.

Lisäksi nyt kehitetty mittaussovellus voi olla hyödynnettävissä hyvin erilaisissa prosessivaiheissa. Jo tämän hankkeen aikana tehtiin alustavia suunnitelmia ja valmisteluja ko. hyödynnettävyytutkimusten osalta ja näitä on nyt suunniteltu toteutettavaksi Tekesiltä haetussa GasOpti -hankkeessa.

# 4 SUURTEN TILAVUUSVIRTOJEN NOPEIDEN SEKOITUSPROSESSIN KARAKTEROINTI MRI-TEKNIICALLA

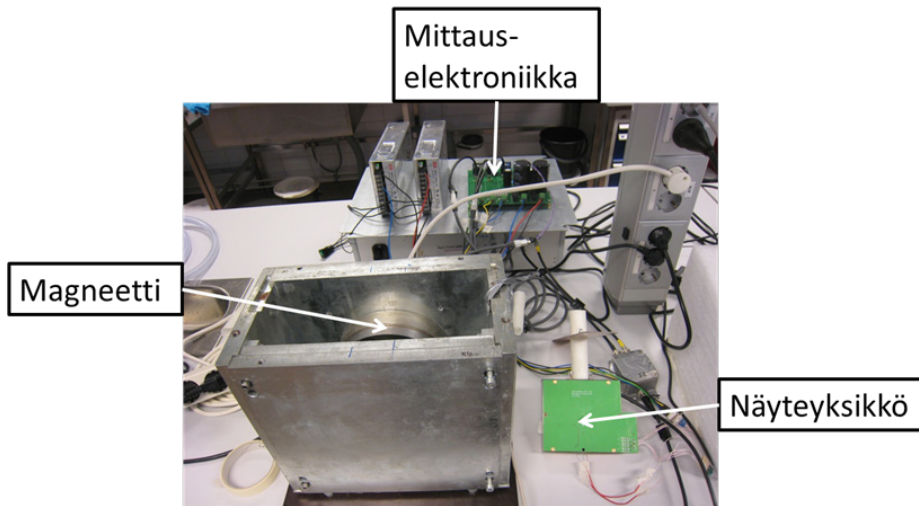
Yrjö Hiltunen

Ydinmagneettinen spektroskopia (NMR) on kemiallisen analytiikan perusväline, jossa mitataan vety-ytimien magneettikentässä emittoimaa radiotaajuisia signaaleja. Siksi se soveltuu runsaasti vetyä sisältävien materiaalien, kuten vesipitoisten aineiden, tutkimiseen. Se on ainoa menetelmä, jolla nesteeseen liuotetusta molekyylisestä voidaan ratkaista sen kemiallinen rakenne ja myös sen kolmiulotteinen avaruusrakenne. NMR-spektroskopia on kuitenkin suhteellisen kallis menetelmä ja sitä hyödynnetään käytännössä vain laboratorio-olosuhteissa. Menetelmän yksinkertaistettu versio perustuu ns. relaksaatioaikojen mittaukseen. Tällöin laitteisto on huomattavasti yksinkertaisempi ja halvempi, mutta sillä ei saada yhtä tarkkaa kemiallista informaatiota mitattavista kohteista. Toisaalta menetelmän avulla on pystytty kehittämään standardoituja mittaussovelluksia teollisuuteen. Kun tähän menetelmään lisätään ns. paikkatieto, joka kertoo, mistä kohdasta näytetty signaali on peräisin, päädytään magneettikuvaukseen, jolla voidaan saada tietoa esimerkiksi biologisten kohteiden anatomisesta rakenteesta. Menetelmä on yleistynyt erittäin voimakkaasti lääketieteellisessä diagnostiikassa, koska se antaa tarkkaa tietoa esimerkiksi pehmytkudoksista. Kehittyneessä reaaliaikaisessa magneettikuvauksessa voidaan tutkia dynaamisia elintoimintoja, kuten sydämen toimintaa reaaliajassa.

Projektin tämän työpaketin tavoitteena oli suunnitella ja toteuttaa ns. low cost MRI -kuvauslaite, jota voidaan käyttää kuvauksen demonstroimiseen pienimuotoisissa teollisuuden prosesseissa tavoitteena soveltaa menetelmää mm. erittäin nopeiden sekoitusilmiöiden mittaamiseen mikrotasolla biotuotevalmistuksessa. Lisäksi tarkoituksena oli selvittää reaaliaikaisen magneettikuvauksen hyödyntämistä teollisuuden mittauksiin.

## 4.1 MRI-laitteistokehitys

Laitteen suunnittelu tehtiin ja toteutettiin kansainvälisenä yhteistyönä Volga State University of Technologyn kanssa, koska toteutus vaatii erityisosaamista ja kaikkia low cost -laitteeseen liittyviä osia ja tarvikkeita ei ole kaupallisesti saatavissa. Lisäksi toteutettavalla laitteistolla oli vaatimuksena, että sillä pystytään mittaamaan virtaavia näytteitä, mikä on hyvin harvinaista MRI-laitteille. Kuvassa 4.1 on esitetty yleisellä tasolla kehitetty laitteisto, joka sisältää mittauselektroniikan, magneetin ja näyteyksikön.

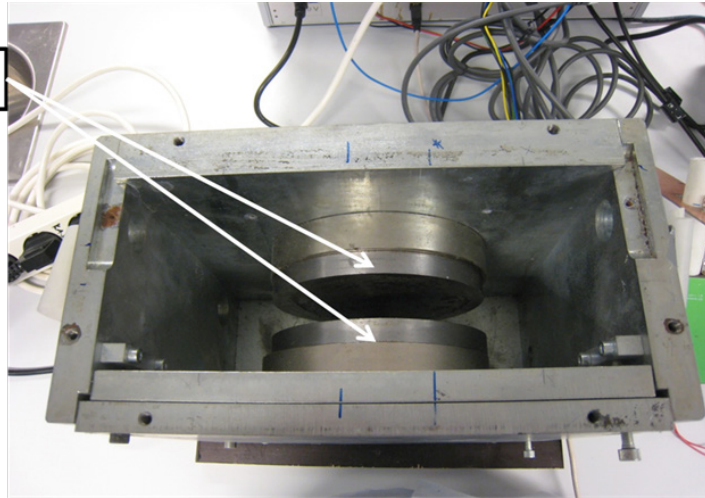


KUVA 4.1. Kehitetty MRI-laitteisto (kuva: Yrjö Hiltunen).

Kuvassa 4.2 on laitteiston magneetti, joka luo staattisen noin 0,5 Teslan magneettikentän. Laitteistossa on hyödynnetty permanentteja magneetteja, mikä mahdollistaa suljetumman rakenteen ja sitä kautta robustimman rakenteen teollisiin sovelluksiin. Magneettien välimatka on noin 20 mm, mikä mahdollistaa noin 15 mm virtausputken sijoittamisen näyteyksikköön.

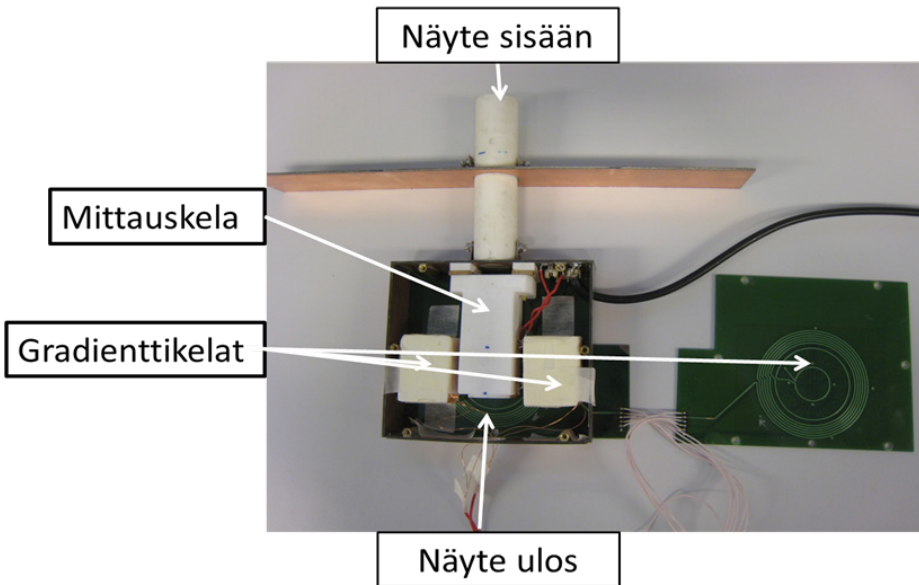


Magneetit



KUVA 4.2. MRI-laitteiston magneetti, joka on toteutettu kestmagneetilla (kuva: Yrjö Hiltunen).

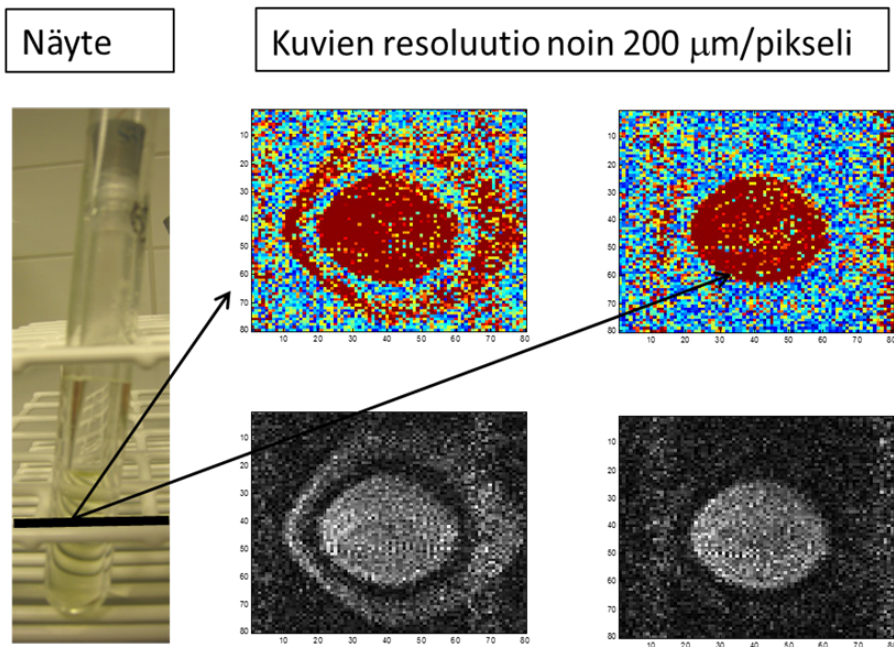
Kuvassa 4.3 on laitteiston näyteyksikkö, joka mahdollistaa näytteen virtauksen sen läpi. Näin päästään mittaamaan myös nestenäytteitä ja lopulta tutkimaan esimerkiksi pienessä mittakaavassa sekoitusilmiöitä. Näyteputken halkaisija on tällä hetkellä 15 mm. Näyteyksikkö sisältää myös gradienttikelat, joilla luodaan haluttu muuttuva magneettikenttä, jonka avulla voidaan suorittaa paikkakoodaus. Tämä mahdollistaa edelleen laskennallisen kuvatiedon tuottamisen.



KUVA 4.3. MRI-laitteen näyteyksikkö, joka mahdollistaa näytteen virtauksen (kuva: Yrjö Hiltunen).

## 4.2 MRI-laitteen testaus

Laitteistoa testattiin näytteillä, joissa oli kahdessa sisäkkäisessä näytteessä esimerkiksi öljyä ja vettä. Näin pystyttiin näkemään, että syntyvät kuvat vastaavat todellisia näytteitä ja esimerkiksi niiden muoto on oikea. On huomattava, että tulokset ovat herkkiä gradienttikelojen laadulle ja symmetrialle. Kuvassa 4.4 on esitetty yhden testinäytteen tulokset, joissa kuvan resoluutio on  $200\text{ }\mu\text{m/pikseli}$ . Näytteessä on sisemmässä putkessa öljyä ja ulommassa vettä. Näytteestä on tehty kaksi erilaista mittausta, joista vasemman puolimmaisessa on mitattu sekä öljystä että vedestä tulevat signaalit ja oikean puolimmaisessa vain öljystä tuleva. Tämä osoittaa, että magneettikuvauksella voidaan suhteellisen helposti painottaa erilaisia piirteitä kuvattavasta kohteesta. Kuvassa 4.4 on myös esitetty sekä värilliset että mustavalkoiset versiot kuvista. Kuvista nähdään, että gradienttikelat eivät ole vielä aivan symmetriset, koska putkista tulevat signaalit eivät ole aivan ympyränmuotoisia. Lisäksi laitteiston mittaamaa signaali-kohinasuhdetta täytyy vielä parantaa. Kun edellä olevat parannukset saadaan valmiiksi, siirrytään seuraavassa vaiheessa virtaaviin näytteisiin ja sitä kautta lähemmäs todellisia kohteita. Toisaalta tulokset ovat olleet tässä vaiheessa lupaavia, joten hyvin todennäköisesti mittaukset virtaavilla näytteillä tulevat antamaan lisäinformaatiota sekoitusilmiöistä.



KUVA 4.4. Testinäytteestä (vasemmalla) mitatut kuvat, joissa on vasemman puolimmaisissa on näkyvissä kaikki piirteet ja oikean puolimmaisissa korostettu öljyosuudesta tulevaa signaalia.

## 5 PROSESSIREFRAKTOMETRIMIT- TAUKSET LIUENNEEN KUIVA-AINE- PITOISUUDEN VAIHTELUN SELVIT- TÄMISEKSI

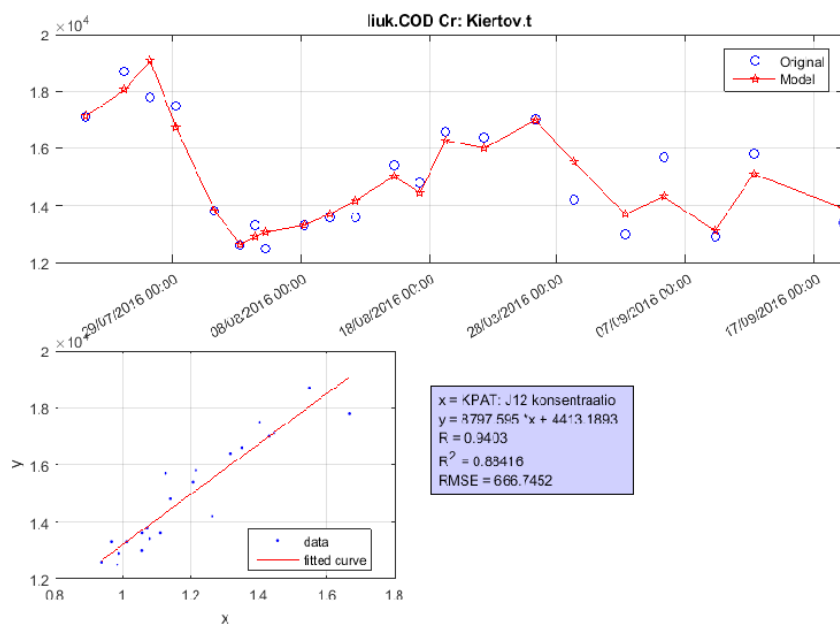
Riku Kopra

Aallotuskartonkia valmistavalle tehtaalle asennettiin viisi liuennutta kuiva-ainetta (TDS: total dissolved solids) mittaavaa prosessirefraktometriä. Mittarit asennettiin jauhimien 10 ja 12 jälkeen, kiertoveteen ja kahteen ohutliemilinjaan. Taulukossa 5.1 on esitetty eräällä hetkellä mittausten kuiva-ainepitoisuudet ja lab COD:et.

TAULUKKO 5.1. Refraktometrin testituloksia

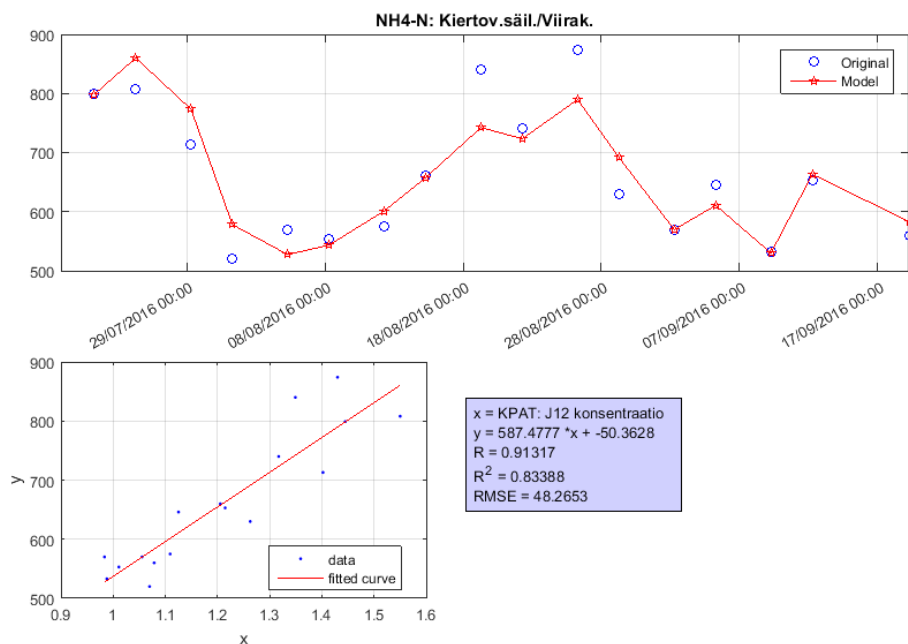
TULOKSET:		
Näyte	Kuiva-aine %	COD mg/l
J 10	1,68	22 590
J 12	1,50	20 490
Kiertovesi	0,97	12 615
Ohutliemi	8,85	93 540

Tarkoituksena oli tutkia liuenneen kuiva-aineen prosessivaihteluita ja etsiä korrelaatioita refraktometrin mittaustulosten ja tehtaan muun mittaustietojen välille. Refraktometrien mittaustuloksista ja tehtaan tietojen keruujärjestelmästä kerätyn tietojen pohjalta tehdyn alustavan kartoituksen perusteella selkein korrelaatio TDS-mittauksista havaittiin laboratorio COD:hen (kuva 5.1). Tämän vuoksi lab-COD:ta seurattiin tehostetusti ja tehtiin kalibrointikäyrät, joilla voitiin muuttaa TDS-arvo COD:ksi.



KUVA 5.1 Refraktometrin korrelaatio COD:hen

Kohtalainen korrelaatio havaittiin myös keittokemikaaleihin (kuva 5.2). Kahden linjan välillä näytti mittausten perusteella olevan myös melko suuria, jopa kahden prosenttiyksikön luokkaa olevia, kuiva-aineen vaihteluja.



KUVA 5.2 Refraktometrin korrelaatio keittokemikaaleihin

## 6 ÄLYKKÄÄT PROSESSI- JA MITTAUS-DATAN ANALYSOINTITYÖKALUT

Mika Liukkonen, Yrjö Hiltunen

### 6.1 Prosessiteollisuuden tiedonjalostusratkaisut

Teollisuusprosesseja ohjataan ja hallitaan mittaustiedon perusteella. Teollisuudessa on käytössä monia informaation muotoja, joiden tarkkuus vaihtelee tiedon käyttötarkoituksen mukaan. Suurten ja moniulotteisten datamassojen hyödyntäminen vaatii kuitenkin myös tietomäärän jalostamista ja tiivistämistä.

Teollisuusdatan tiedonjalostamisketjulla tarkoitetaan yleisesti laskennallista prosessia raakadatasta tietämykseen. On tärkeää, että matematiikan, tilastotieteen sekä tietojenkäsittelytieteen menetelmiä sisältävän ketjun loppupäässä datan sisältämä informaatio jalostetaan käyttäjälle hyödylliseen muotoon. Lopputuloksena voi olla vaikkapa prosessin optimointiin liittyviä säätötekniisiä ratkaisuja tai yksinkertaisimmillaan tunnuslukuja tehtaan tuotannosta tai toiminnasta.

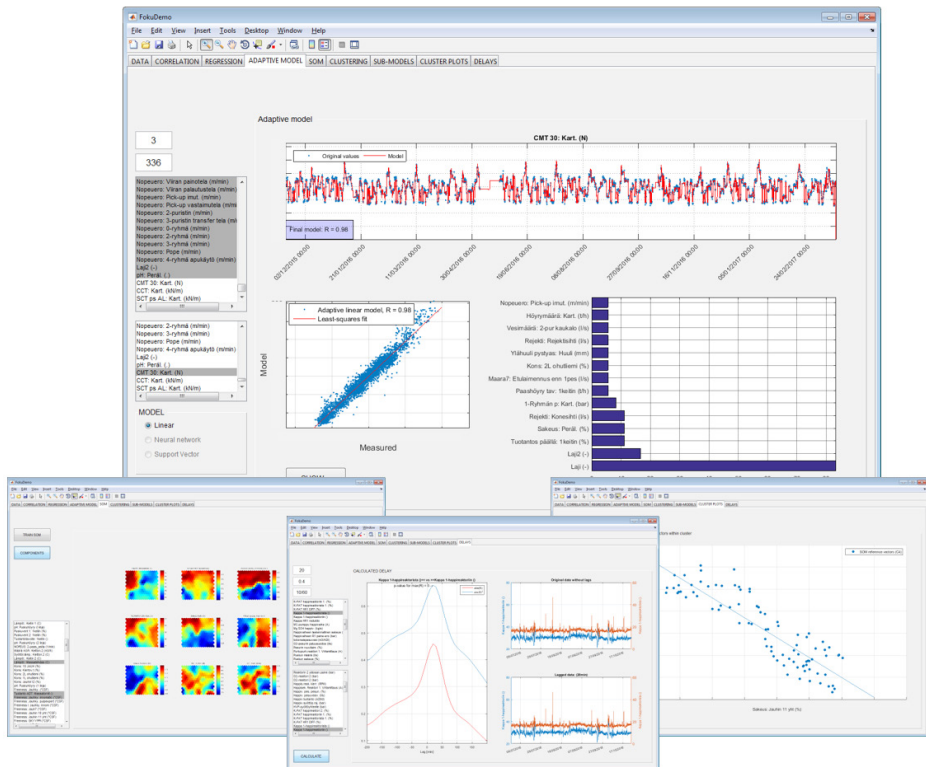
Tuotantolaitoksen toiminnan dataan perustuvaa tarkastelua tehdään monella tasolla. Päätöksenteko- ja management-tasolla käytetään huolellisesti valittuja tuotannon tunnuslukuja. Päivittäisen yksikköprosessin hoitaminen edellyttää aiempaa tarkempaa prosessidataa. Tarkasteltaessa yksittäisen toimilaitteen toimintaa saatetaan tutkia resoluutioltaan hyvinkin tarkkaa dataa. Mitä syvemältä prosessia tarkastellaan, sitä enemmän ja tarkempaa dataa on yleensä käytettävä.

Tiedonjalostukseen tarkoitettuja datapohjaisia eli mittauksiin perustuvia mallinnusmenetelmiä on viime aikoina kehitetty paljon, ja niitä on myös sovellettu menestyksekkäästi monilla teollisuudenaloilla hyvin erilaisiin tuotantoprosesseihin. Datapohjaisilla menetelmillä voidaan havaita suurissa tietomäärissä olevia yhteyksiä, joita ei tunneta ennalta tai joita on työlästä tai mahdotonta esittää fysikaalisilla malleilla, joten lähtökohtaisesti ne soveltuvat erinomaisesti monimutkaisiin teollisuusprosesseihin.

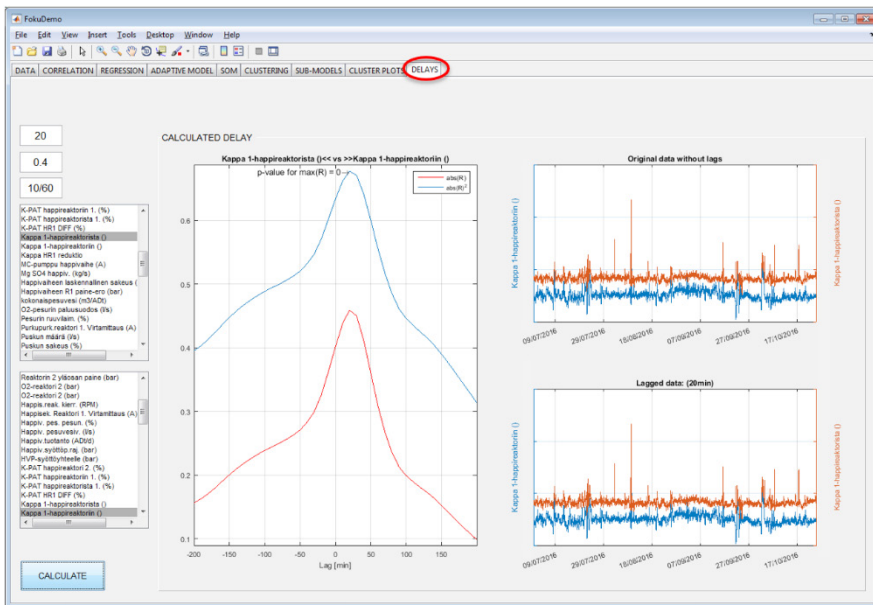
Prosessimittauksiin perustuvalla mallinnuksella voidaan pyrkiä esimerkiksi parantamaan prosessin energiatehokkuutta, vähentämään prosessin tuottamia päästöjä, seuraamaan prosessin tilaa tai analysoimaan raaka-aineiden, polttoaineiden ja tuotteiden laatua. Prosessimallinnukseen tuovat omat haasteensa nykyaikaisen teollisuuden asettamat vaatimukset, joita ovat mm. reaaliaikaisuus, mistä johtuen mallin tulee toimia lähestulkoon samassa ajassa todellisuuden kanssa, sekä adaptiivisuus, mistä johtuen mallin tulee pystyä sopeutumaan teollisuudelle tyypillisiin dynaamisesti muuttuviin olosuhteisiin. Nämä ominaisuudet mahdollistavat mallien hyötykäytön teollisuudessa esimerkiksi erilaisissa diagnostiikkajärjestelmissä, virtuaalisensoreihin (soft sensor) perustuvissa sovelluksissa tai uudentyyppisissä älykkäissä säätöratkaisuissa. Tällaiset älykkäät mallinnusmenetelmät voivat toimia pohjana kehittyneille ohjelmistotyökaluille.

Älykkäät mallinnusmenetelmät: Prosessimittauksista saatavan tiedon jalostaminen hyödynnettävään muotoon on usein haastava tehtävä, joten uusien mallinnusmenetelmien kehitystyötä tarvitaan. Uudentyyppiset älykkäät ja adaptiiviset datapohjaiset mallinnusmenetelmät voivat tarjota uusia reittejä tehokkaampaan ja laadukkaampaan tuottamiseen teollisuudessa.

Kehittyneet ohjelmistotyökalut: Kehitettyjä mallinnusmenetelmiä voidaan hyödyntää uudentyyppisissä ohjelmistoratkaisuissa, joissa menetelmät on räätälöity käyttäjäystävälliseen muotoon (ks. Kuvat 6.1 ja 6.2).



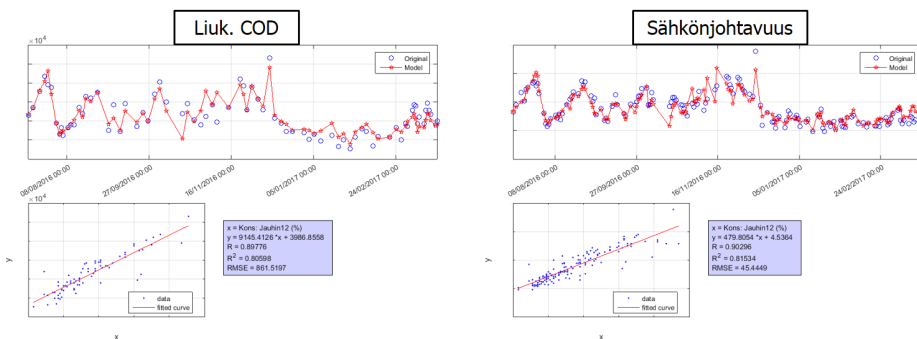
KUVA 6.1. FokuDemo-ohjelmiston osakokonaisuuksia, joissa hyödynnetään älykkäitä mallinnusmenetelmiä



KUVA 6.2. Esimerkki prosessiivien matemaattisesta määrittämisestä (sellunvalmistuksen happireaktorivaihe) laskemalla kahden suuren välistä korrelaatiota ajan funktiona

## 6.2 Sellunvalmistuksen laboratoriomittausten (kiertovesi) mallinnus refraktometrimittauksen avulla

Prosessiteollisuudelle on tyypillistä se, että jokaista valmistusvaihetta pitää pysyvä monitoriimaan mahdollisimman tarkasti, mutta mittausten toteuttaminen voi olla haastavaa mm. likaantumisen ja hankalien olosuhteiden vuoksi. Joissakin tilanteissa suureiden mittaaminen epäsuorasti ja hankalien laboratoriomittausten kompensoiminen näiden epäsuorien mittareiden avulla olisi kannattavaa. Kuvassa 6.3 on kaksi esimerkkiä lineaarisista refraktometrimittaukseen perustuvista polynomimalleista, joilla pyritään kuvaamaan kahta sellunvalmistuksen jauhatusvaiheen laboratoriomittausta (liukoisen COD:n pitoisuus ja sähkönjohtavuus). Kuvista nähdään, että etenkin mittausjakson alkupuolella malli noudattaa melko hyvin laboratoriomittauksella saatuja arvoja, varsinkin kun otetaan huomioon myös se, että myös laboratoriomittauksiin useimmiten liittyvä näytteenotto ja näytteiden edustavuus sisältävät aina epävarmuustekijöitä.



KUVA 6.3. Esimerkkejä refraktometrimittauksen avulla toteutetuista malleista, joilla kuvataan epäsuorasti sellunvalmistuksen jauhatusvaiheen laboratoriomittauksia

## 6.3 Kartongin laadun mallinnus kehittyneillä menetelmillä

Kartongin laadun mallinnuksessa toteutettiin seuraavat toimenpiteet:

- Aineiston hankinta ja sen esikäsittely
  - Aallotuskartongin valmistuksen kokonaisprosessi
  - Aikaväli: 7.8.2015–21.3.2017 (refraktometrimittaukset 19.7.–21.3.2017)
  - 268 mittausta (online + laboratorio): Keittäminen, pesu, jauhatus, refrak-



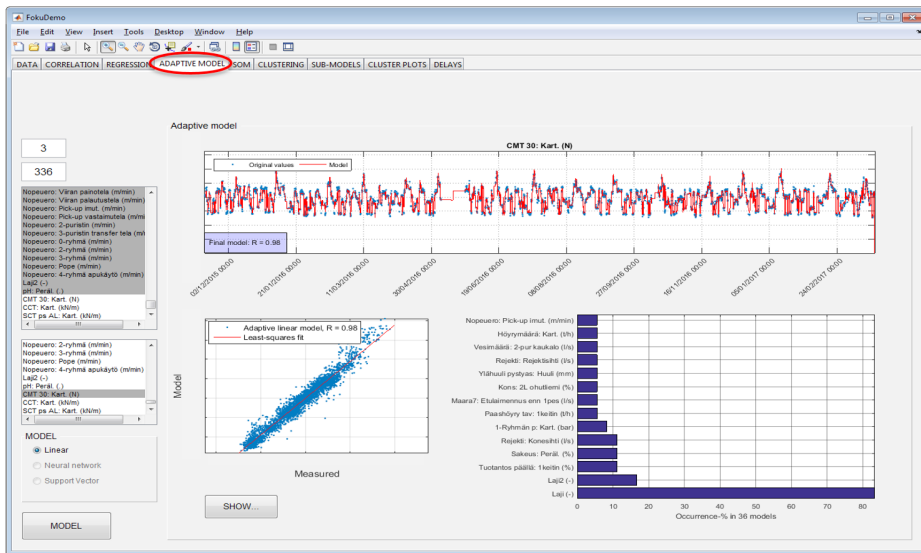
- tometrimittaukset, kartonkikone, kartongin laatu
- Keskiarvoistus (1 h)
- Korrelaatioanalyysi
- Kartongin laadun mallinnus ja älykkäiden työkalujen toteutus
  - Tavanomaiset monimuuttujamallit
  - Dynaamisesti päivittyvät (adaptiiviset) mallit (ks. Kuva 6.4)
  - Prosessitilojen mallinnus (Kuvat 6.5 ja 6.6)
  - Testimallinnusten perusteella toteutetut soft sensor -ratkaisut (Kuvat 6.7 ja 6.8)

Tutkimuksessa keskityttiin seuraavien kartongin laatusuureiden [1] mallinnukseen:

- CCT (Corrugated Crush Test, aallotuskartongin reunalitistystesti, jossa kartonki pidetään aallonmuotoisessa pidikkeessä)
- CMT (Concora Medium Test, aallotuskartongin litistyslujuustesti, jossa alustaan teipatut aallot litistetään)
- SCT (Short Span Compression Test, puristuslujuustesti, jossa kartonkia tyssätään vapaassa välissä)

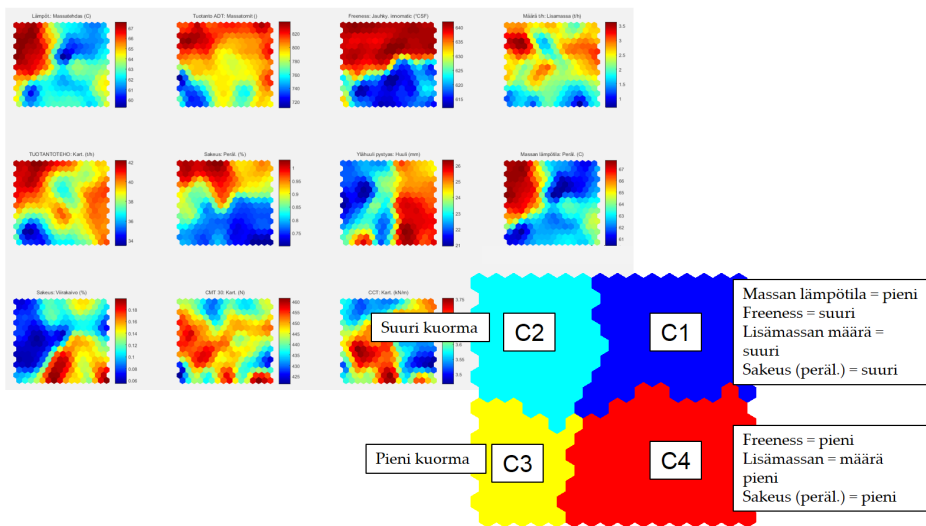
Korrelaatioanalyysin ja alustavien mallinnusten perusteella havaittiin, että kartongin laadun mallintaminen käyttämällä tavanomaisia ratkaisuja on tässä tapauksessa erittäin haastavaa, sillä kokonaisprosessi käyttäytyy dynaamisesta ja kartongin laatu riippuu myös kulloinkin valmistettavasta kartonkilajista.

Kuvassa 6.4 nähdään esimerkki dynaamisesti päivittyvästä kartongin laatumallista (CMT). Kyseessä on lineaarinen monimuuttujamalli, joka koostuu kolmesta muuttujasta (= prosessimittauksesta) ja jota päivitetään säännöllisesti. Sekä mallin kertoimia että sen muuttujia päivitetään jatkuvasti uudella datalla; tässä tapauksessa siten, että mallinnus toteutetaan viimeisen kahden viikon ajalta olevalla aineistolla. Mallinnusvaiheessa valitaan siis aina ne muuttujat, joiden avulla kartongin laatu saadaan kuvattua parhaiten. Muuttujanvalinnalla voidaan pyrkiä myös kartoittamaan tutkittavaan asiaan vaikuttavat tekijät, jolloin mallintaminen ja syy-yhteyksien tunnistaminen helpottuvat.

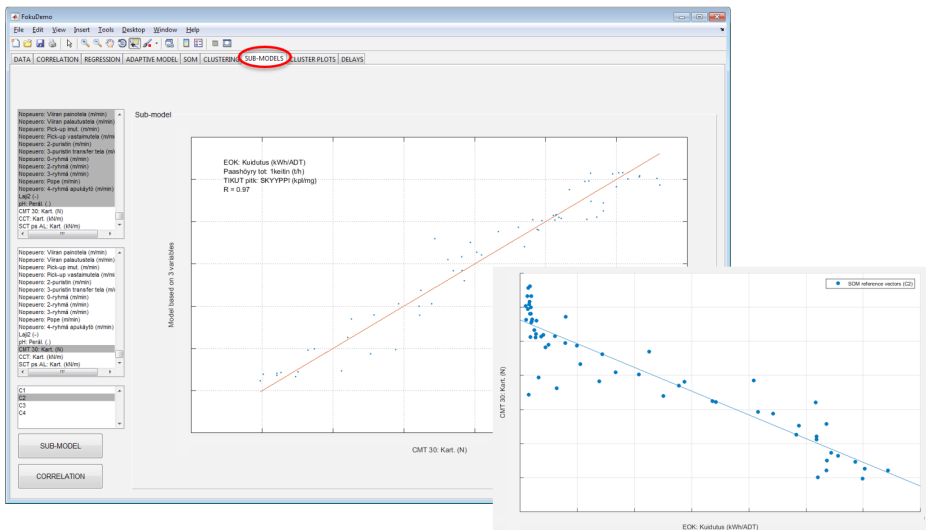


KUVA 6.4. Esimerkki dynaamisesti päivittyvästä kartongin laatumallista (CMT)

Itseorganisoituvat kartat (SOM) ovat kuvauksia moniulotteisesta datasta kaksi- tai useampiulotteisella tasolla. Malli sisältää opetusmuuttujina käytettyjen muuttujien informaatiot kartan pinnalla. Tätä voidaan hyödyntää tarkasteltaessa muuttujien välisiä riippuvuuksia. SOM-karttoja voidaan esimerkiksi käyttää suodattimena, joilla erotellaan prosessin päätilat (seisokki, ylös- ja alasajot, lajin vaihto, tehoalueet, häiriötilanteet, normaali käynti jne). Mielenkiintoisin prosessin tila saattaa olla esimerkiksi ns. normaalia ajoa kuvaava prosessin tila, joka voidaan erottaa omaksi tarkastelukohteeksi (ks. Kuva 6.5). Prosessitilojen muodostamisen jälkeen on mahdollista toteuttaa mallinnuksia prosessitilojen sisällä, jolloin voidaan saavuttaa uutta mielenkiintoista tietoa prosessin käyttäytymisestä eri tilanteissa. Kuvassa 6.6. on esimerkki kartongin laadun (CMT) alimallista laskennallisesti määritetyn prosessitilan sisällä.



KUVA 6.5. Esimerkki laskennallisesta prosessitilojen määrittämisestä itse-organisoidun kartan (SOM) ja klusteroinnin avulla.



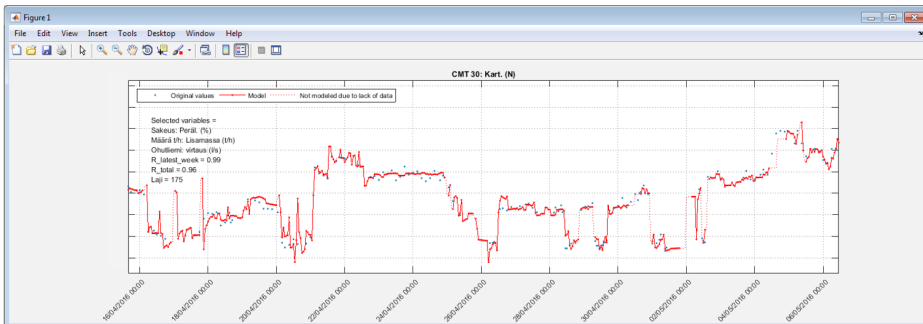
KUVA 6.6. Esimerkki kartongin laadun (CMT) alimallista prosessitilan sisällä

## 6.4 Prosessiteollisuuden virtuaalisensorit

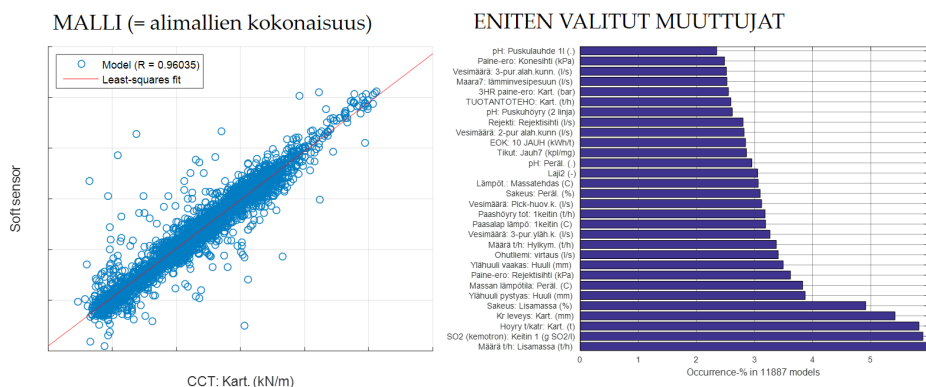
Epäsuorasta, usein muihin mittauksiin ja mallinnukseen perustuvasta havainnointimenetelmästä voidaan käyttää nimitystä virtuaalisensori tai soft sensor [2]. Virtuaalisensorit voivat olla olemassa olevia, hankalia mittauksia kompensoivia, tai ennustavia ratkaisuja.

Kuvassa 6.7 on esimerkki kartongin laatua (CMT) ennakoivasta virtuaalisensoriratkaisusta, joka perustuu edellisessä luvussa kuvattuun dynaamiseen mallirakenteeseen. Tässä ratkaisussa on kuitenkin se periaatteellinen ero, että järjestelmä on aidosti ennustava: ennustus tehdään yhden tunnin päähän käyttäen mallia, joka on opetettu aineistolla, joka kattaa ennustettavan hetken edelliset kaksi viikkoa. Mallinnus tehdään uudestaan ennen jokaista ennustusta. Mallissa myös huomioidaan kulloinkin tuotettava kartonkilaji siten, että jokainen opetus tehdään käyttäen ainoastaan kyseiseen neliömassaan liittyvää aineistoa tuolta kahdelta viikolta.

Kuvassa 6.8. on esitetty yhteenveto dynaamisen mallin avulla toteutetusta virtuaalisensorista sekä mallinnuksessa valituista muuttujista (mallinnettuna CCT). Mallinnus sisältää lähes 12 000 mallia, ja kokonaiskorrelaatio mallien ja mittausten välillä on 0,96.



KUVA 6.7. Esimerkki dynaamisesti päivittyvään malliin perustuvasta, ennustavasta virtuaalisensoriratkaisusta (CMT)



KUVA 6.8. Yhteenveto dynaamisen mallin avulla toteutetusta virtuaalisensorista sekä mallinnuksessa valituista muuttujista (mallinnettuna kartongin laatuparametreista CCT)

## 6.5 Yhteenveto älykkäistä prosessi- ja mittausdatan analysointityökaluista

Prosessien automaatiojärjestelmät tuottavat tietokantoihin suuria määriä historiatietoa prosessien tilasta ja laitteiden toiminnasta. Vaikka automatisoiduista prosesseista on saatavilla kosolti mittaustietoa, ei sitä kaikkea voida välttämättä hyödyntää niin sanotusti perinteisin menetelmin. Kun joudutaan käsittelemään esimerkiksi satojen muuttujien kokonaisuuksia, yksikköprosessien välisiä riippuvuuksia ja syy-yhteyksiä, tai ilmiöiden välisiä viiveitä ja tapahtumaketjuja, tarvitaan tehokkaita ja laskennallisesti älykkäitä menetelmiä, ja sen lisäksi hyvää asiantuntemusta itse ongelmakentästä. Toisin sanoen on tärkeää pystyä yhdistämään prosessitietämys laskennan avulla saatuihin tuloksiin, jotta vältetään vääriä tulkinnoita.

Tuotannon diagnostiikan kannalta prosesseissa esiintyvät dynaamisesti muuttuvat tilanteet tarjoavat haasteita, joihin on pyrittävä vastaamaan joko kokonaan uudenlaisilla mittausmenetelmillä tai kehittämällä mittalaitteiden tuottaman datan tiedonjalostusketjua. Mittaustiedon laskennallisella käsittelyllä, joka voi sisältää esimerkiksi mallinnusta, saadaan kuva ilmiöistä ja niiden mahdollisista syy-yhteyksistä. Tehokkaita laskentamenetelmiä tarvitaan, jotta käytönaikainen ongelman havainnointi ja luokittelu, tiedonlouhinta ja laaduntarkkailu pystytään tekemään niin tehokkaasti kuin mahdollista.

On myös olemassa kohteita, joista tarvittaisiin mittausta, mutta niiden toteuttaminen ei ole joko teknisesti mahdollista tai taloudellisesti kannattavaa.

Tällöin voidaan käyttää virtuaalisensoreita eli laskennallisia, epäsuoria mittausmenetelmiä. Uudenlaisilla älykkäillä mittausjärjestelmillä voidaan tuottaa uutta informaatiota itse prosessista ja niitä voidaan käyttää yhdessä mallinnus- ja ohjelmistotyökalujen kanssa vaikkapa uudentyyppisten palvelujen alustana. Älykkäiden järjestelmien edellytyksenä ovat luonnollisesti toimivat mittaukset prosessista.

## 7 YHTEENVETO

Fotoniikkasensori- ja korkean teknologian kuvantamisen demonstrointi metsäbiojalostamon hallintaan (Fokudemo) kehitti fotoniikkaan- ja kuvantamisteknologioihin perustuvia tekniikoita metsäbiojalostamoympäristöihin. Hankkeessa tuotettiin uusiin sensoritekniikoihin ja menetelmiin perustuvia työkaluja ja osaamista metsäbiojalostamon keskeisten sivuvirtaprosessien (ligniinin sekä suovan erotus ja puhdistus) sekä metsäbiomassaa jalostavien bioprosessien optimointiin ja prosessien suorituskyvyn parantamiseen.

Kolmen eri aallonpituuden mittaamiseen perustuvalla 3-sädemittarilla tutkittiin aineiden dispersiokäyrän mittaamista. Toteutettujen laboratoriokokeiden tulosten perusteella menetelmä sopii aineiden dispersiokäyrän reaaliaikaiseen mittaukseen. Ilmiö näyttäisi olevan sitä voimakkaampi, mitä suurempi on mitattavan liuoksen pitoisuus. On huomattavaa, että selluteollisuuden näytteillä ilmiön vaikutus on kertaluokkaa suurempi kuin muilla orgaanisilla testatuilla näytteillä. Näin isoista muutoksista saadaan luotettavia parametreja seossuhteiden määrittäykseen esimerkiksi pesusuodoksissa ja mustalipeissä.

Ydinmagneettisen spektroskopian (MRI)-työpaketissa suunniteltiin ja toteutettiin ns. low cost MRI -kuvauslaite. Kehitettyä laitetta voidaan käyttää kuvauksen demonstroimiseen pienimuotoisissa teollisuuden prosesseissa kuten esimerkiksi soveltaa menetelmää mm. erittäin nopeiden sekoitusilmiöiden mittaamiseen mikrotasolla biotuotevalmistuksessa. Lisäksi selvitettiin reaaliaikaisen magneettikuvauksen hyödyntämistä muihin teollisuuden mittauksiin. Laite suunniteltiin ja toteutettiin kansainvälisenä yhteistyönä Volga State University of Technologyn kanssa.

Älykkään prosessidatan analysoinnin osalta hankkeessa toteutettiin useita kehittyneitä analysointiratkaisuja, joita demonstroitiin etenkin pakkauskartongin laadun analysointiin liittyvässä ongelmakentässä. Demonstraatioiden avulla myös osoitettiin, että älykkäät mallinnusmenetelmät voivat toimia pohjana kehittyneille ohjelmistotyökaluille. Lisäksi kehitettiin kartongin laatua ennakoiva virtuaalisensoriratkaisu, joka perustuu dynaamiseen mallirakenteeseen ja jota testattiin todellisella tehdasaineistolla erittäin lupaavin tuloksin. Myös sellunvalmistuksen laboratoriomittauksia mallinnettiin refraktometrimittausten avulla kohtuullisella menestyksellä. Yhteenvetona voidaan todeta, että mittaustiedon

laskennallisella käsittelyllä ja mallinnuksella saadaan tarkempi kuva prosessien ilmiöistä ja niiden mahdollisista syy-yhteyksistä. Mittausaineiston aiempaa tehokkaampi hyödyntäminen mahdollistaa myös käytönaikaisen ongelmanratkaisun ja laaduntarkkailun.

Hapen sekoittumista ja dispergoitumista kemiallisen massan valmistusprosessissa tutkittiin Kuitulaboratoriossa toteutetulla mittausjärjestelmällä kahdella eri kuitulinjalla jatkuvatoimisena mittauksena. Pixact Oy:n rooli mittauksen toteutuksessa oli merkittävä ja lisäksi K-Patents Oy:n asennusyhteen ansiosta mittalaite voitiin asentaa ilman seisokkia. Mittaustulosten korrelaatio prosessisuureisiin oli selkeästi havaittavissa. Eri linjoilla tehdyissä mittauksissa kuplakoossa havaittiin kymmenkertainen ero; havulinjalla kuplat olivat pienempiä kuin koivulinjalla. Lisäksi prosesseissa esiintyi merkittävää vaihtelua reaktoriin syötettävän dispersion kuplakoossa sekä reaktorista poistuvan kaasun määrässä ja kuplakoossa. Sekoituksella on mahdollista vaikuttaa kuplakokoon. Vaahdonestokemikaalin vaikutusta tutkittiin tehdas- ja laboratoriomittakaavassa ja molemmissa vaikutus havaittiin merkittäväksi. Mittauksia heikentävää mittapään likaantumista ei todettu merkittävässä määrin.

Vastaavaa dispersiomittausta ei ole aiemmin maailmassa toteutettu edes hetkellisenä saati sitten jatkuvana on-line mittauksena. Menetelmästä on mahdollista kehittää säätötekninen sovellus. Lisäksi mittaus antaa erinomaisen mahdollisuuden ymmärtää happidispersion rooli ja vaikutukset erilaisissa happidelignifointiprosesseissa. Jos prosessia voidaan ajaa koko ajan optimaalisella happiannoksella ja dispersiolla, voidaan prosessin muita säätömuuttujia optimoida pitkällä jännteellä paremmin ja prosessia voidaan ajaa taloudellisemmin, stabiilimmin, suuremmalla delignifointiasteella tai tuotannolla. Ottaen huomioon happidelignifoinnilla käsiteltävän kuitumateriaalin määrän maailmassa (n. 100 miljoonaa tonnia/vuosi) saavutettavat, energia-, materiaali- ja ympäristötehokkuus sekä tuotannolliset ja taloudelliset vaikutukset voivat olla erittäin merkittävät. Dispersioon liittyvää ymmärrystä voidaan hyödyntää myös happidelignifoinnissa käytettävien prosessilaitteiden, lähinnä sekoittimien ja reaktoreiden kehityksessä ja mitoituksissa.

Fluoresenssiin perustuvasta mittausmenetelmästä kehitettiin konseptitason laitteisto, jolla tutkittiin menetelmän sovellettavuutta mustalipeä- ja suopamittauksiin eri fluoresenssiaallonpituuksilla. Mittauksia tehtiin laboratoriossa mustalipeän tehdasnäytteistä sekä tehtaalla, jossa tuoreet näytteet otettiin suo-



raan linjasta. Fluoresoivina aineina ovat oletuksen mukaan puun eri uuteaineet. Mittausmenetelmä kehitettiin sille asteelle, että on valmius viedä mittausjärjestelmä online –mittauksiin.

Prosessirefraktometrimittauksilla selvitettiin erityisesti biojalostamoprosessin liuenneen kuiva-ainepitoisuuden vaihtelua sekä refraktometrimittausten ja tehtaan tietojärjestelmädatan välistä yhteyttä. Refraktometritulokset korreloivat kemiallisen hapen kulutusta kuvaavaan COD-arvoon. Lisäksi oli havaittavissa kohtalainen korrelaatio keittokemikaaleihin. Mittaukset osoittivat melko suuria, jopa kahden prosenttiyksikön, vaihteluja kuiva-ainepitoisuudessa kahden eri linjan välillä.

Hankkeessa kehitettyjä kuvantavia menetelmiä voidaan hyödyntää eri metsäbiojalostamoprosessien aiempaa tarkemmassa seurannassa ja säädössä, mikä tuo merkittäviä etuja energia-, laatu-, ympäristö- ja kunnossapitosäätöjen aikaansaamiseksi. Prosesseja voidaan ajaa taloudellisemmin, stabiilimmin ja suuremmalla saannolla. Kertynyt tietämys ja osaaminen ovat hyödynnettävissä myös prosessilaitteiden kehityksessä ja mitoituksissa. Kehitetyt laskenta- ja mallinnusmenetelmät ovat hyödynnettävissä uudenaikaisissa ohjelmistoratkaisuissa, joissa käytettävät menetelmät on räätälöity käyttäjäystävälliseen muotoon.

# PROJEKTISSA SYNTYNEET JULKAISUT

1. Mutikainen, Heikki; Kopra, Riku; Pesonen, Anna; Hakala, Maria; Honkanen Markus; Peltonen, Kari; Käyhkö, Jari. Measurement, state and effect of the gas dispersion on the oxygen delignification. IPBC 2017 International Pulp Bleaching Conference. August 28-30 2017. Porto Seguro, Bahia –Brazil.
2. Kopra Riku, Effect of brown stock washing on sub-processes and fiber line economy, ABTCP Pulp and Paper 2016 –konferenssi, lokakuu 2016, Sao Paolo, Brasilia.
3. Medición verdadera de la pérdida de lavado y su efecto en el proceso de fabricación de pasta D.V. De Kokkonen, K. Koivula, R. Kopra, Celulosa Y Papel 01/2016; 32(4):16-21.

# LÄHTEET

1. Aaltopahvi – Käyttäjän käsikirja. Suomen Aaltopahviyhdistys ry. Saatavilla: <http://www.aaltopahvi.fi/tietoja>.
2. Kadlec, P., Gabrys, B., Strandt, S., 2009. Data-driven Soft Sensors in the process industry. *Computers and Chemical Engineering*, vol. 33, pp. 795–814.
3. Heiningen A., Krothapalli, D., Genco, J., Justason, A., A chemical reactor analysis of industrial oxygen delignification. *Pulp & Paper Canada* 104:12(2003), pp. 96–101.
4. Tikka, P., K. Kovasin, and T. Laxen. "Solving soap and turpentine related process problems in softwood kraft mills: Making a case for soap audits." *Pulp & Paper Canada* 103.6 (2002): 30–35.
5. Käyhkö, J., Mutikainen, H., Turunen, J., Tirri, T., Hiltunen, Y., Eerola, T., Lensu, L., Kälviäinen, H., Mutanen, J., Hauta-Kasari, M., Karttunen, K., Prittinen, K., Bernhardt, E., Loppuraportti: Massan ja paperinvalmistuksen märkäosan kuvantava mittaus sekä konenäkösovellukset (Pulpvision). Mikkelin ammattikorkeakoulu, Mikkeli 2015. A: tutkimuksia ja raportteja – research reports 105. 42 s.
6. Lindström, M., L. Ödberg, and P. Stenius. "Resin and fatty acids in kraft pulp washing. Physical state, colloid stability and washability." *Nordic Pulp & Paper Research Journal* 3 (1988): 100–106.
7. Tran, T. "Soap separation efficiency at Gruvön mill: An evaluation of the process before and after a modification." (2011).
8. Hroboňová, K., Lehotay, Dr. J., Skačáni, I., & Čižmárik, J., HPLC Determination and MS Identification of Dehydroabietic Acid and Abietic Acid in Propolis, *Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies*, Volume 28, 2005 - Issue 11, Pages 1725-1735. Available at: [http://www.tandfonline.com/doi/pdf/10.1081/JLC-200060463?needAccess=true&](http://www.tandfonline.com/doi/pdf/10.1081/JLC-200060463?needAccess=true&[viitattu%2011.10.2017]) [viitattu 11.10.2017].

9. Valto, Knuutinen & Alen. 2012, Fatty & resin acids analysis, *BioResources* 7(4):6041–6076.
10. Foran, C.D., Tall Oil Soap Recovery, 2006 TAPPI Kraft Recovery Operation Short Course, 3.7–5.
11. Sirén, K., Mechanisms and rate of soap separation, KCL Reports 2875, p. 68, 2007.
12. Kopra, R., Application of the refractometer in the measurement and monitoring of brown stock washing, Väitöskirja, Aalto University Publication Series Doctoral Dissertations, 39/2015, ISBN: 978-952-60-6134-4. Saatavilla: <http://urn.fi/URN:ISBN:978-952-60-6134-4> [viitattu 9.10.2017].
13. Mutikainen, H., Peltonen, K., Pikka, O., Käyhkö, J., Characterization of Oxygen Dispersion in Delignification Process. International Pulp Bleaching conference, Grenoble, France October 29–31 2014.

---

**KAAKKOIS-SUOMEN AMMATTIKORKEAKOULU**

- 1 *Srujal Shah - Kari Dufva: CFD modeling of airflow in a kitchen environment. Towards improving energy efficiency in buildings. 2017.*
- 2 *Elias Altarriba: Öljyn leviämisen estimointi arviointitaulukoiden avulla osana operatiivista öljyntorjuntatyötä Saimaalla. 2017.*
- 3 *Elina Havia - Jari Käyhkö (toim.): Fotoniikkasensori- ja korkean teknologian kuvantamisen demonstrointi metsäbiojalostamon hallintaan (FOKUDEMO). 2017.*



Kaakkois-Suomen  
ammattikorkeakoulu